

耐熱合金の高温強度におよぼす材料学的
諸因子の影響に関する研究

昭和63年12月

飯 塚 博

目次

第1章 緒論	1
参考文献	5
第2章 クリープ強度におよぼす結晶粒径の影響	9
2-1 緒言	9
2-2 供試材および実験方法	10
2-3 実験結果	11
2-3-1 クリープ破断特性の結晶粒径依存性	11
2-3-2 定常クリープ速度の結晶粒径依存性	12
2-4 考察	13
2-4-1 定常クリープ中の内部応力	13
2-4-2 定常クリープ中の内部応力とクリープの活性化エネルギーの結晶粒径依存性	14
2-4-3 定常クリープ速度の結晶粒径依存性の原因について	15
2-5 小括	17
参考文献	18
第3章 耐熱合金の析出挙動と結晶粒界の強じん化によるクリープ強度の改善	20
3-1 緒言	20
3-2 供試材および実験方法	21
3-3 実験結果と考察	22
3-3-1 粒界反応の発生と粒界形状のジグザグ化	22
3-3-2 時効による粒界反応と粒内析出の発生	24

3-3-3	クリープ破断特性への粒界強じん化の影響	26
3-4	小括	29
	参考文献	30
第4章	クリープ・疲労の相互作用について	32
4-1	緒言	32
4-2	供試材および実験方法	33
4-3	実験結果	34
4-3-1	クリープ変形挙動	34
4-3-2	組織観察	35
4-3-3	寿命予測	35
4-4	考察	37
4-4-1	変形挙動におけるクリープ・疲労の相互作用	37
4-4-2	破壊におけるクリープ・疲労の相互作用	39
4-4-3	クリープ損傷評価について	41
4-5	小括	43
	参考文献	44
第5章	高温疲労強度への結晶粒径の影響	46
5-1	緒言	46
5-2	供試材および実験方法	46
5-3	実験結果	48
5-3-1	疲労寿命の結晶粒径依存性	48
5-3-2	組織観察	49
5-4	考察	51
5-4-1	ひずみ範囲分割法による疲労寿命の検討	51

5-4-2	繰返し変形挙動への結晶粒径の影響	53
5-4-3	粒界き裂の発生について	54
5-5	小括	56
	参考文献	57
第6章	結晶粒界の強じん化による高温疲労強度の改善	59
6-1	緒言	59
6-2	供試材および実験方法	59
6-3	実験結果	61
6-3-1	疲労寿命	61
6-3-2	組織観察	63
6-4	考察	64
6-4-1	ひずみ範囲分割法による疲労寿命の検討	64
6-4-2	非弾性ひずみ範囲について	65
6-4-3	粒界反応による高温疲労強度の改善について	65
6-5	小括	67
	参考文献	68
第7章	粒界き裂発生の微視力学モデル	70
7-1	緒言	70
7-2	微視力学モデルによる粒界き裂の発生についての解析	71
7-2-1	粒界すべりの阻止によって生じる内部応力と弾性ひずみ エネルギー	71
7-2-2	原子拡散による回復の効果	72
7-2-3	結晶粒界の外側の応力とくさび型き裂発生	76

7-2-4	くさび型き裂発生の臨界クリープ速度とクリープ破断 寿命の予測	78
7-2-5	高温疲労におけるくさび型き裂の発生	79
7-3	計算値と実験値の比較	81
7-3-1	くさび型き裂発生の臨界クリープ速度とクリープ破断 寿命の予測	81
7-3-2	高温疲労き裂発生寿命	82
7-4	小括	83
	参考文献	84
第8章	粒界強じん化機構の微視力学モデルによる検討	86
8-1	緒言	86
8-2	微視力学モデルの粒界き裂発生問題への応用	87
8-2-1	くさび型粒界き裂の発生	87
8-2-2	結晶粒分離型破壊	89
8-3	計算値と実験値の比較	92
8-3-1	結晶粒径の影響	92
8-3-2	粒界形状ジグザグ化の影響	93
8-4	小括	94
	参考文献	95
第9章	総括	97
	謝辞	100

第1章 緒言

多結晶金属材料の高温破壊は、粒内破壊と粒界破壊の二つの形態に分類することができる。クリープおよび高温低サイクル疲労破壊においては、一般に、低温高ひずみ速度条件下では粒内破壊、高温低ひずみ速度条件下では粒界破壊が生じやすい[1,2]。また、破壊様式が粒内破壊から粒界破壊に遷移するに伴って、破断延性は低下し[1-3]、高温疲労寿命は減少することなどが知られている[2,4]。破壊様式が遷移する温度やひずみ速度は、金属材料の粒内の微細組織、結晶粒径、粒界形状および粒界析出物の存在などに大きく影響される[1,5-7]。したがって、合金組成の選択、製造法、加工あるいは熱処理などによって組織を制御して、粒界破壊を発生しにくくすることができれば、高温強度は改善されると考えられる[5,8]。

粒界破壊は、粒界すべりによって粒界三重点などに応力集中が生じ、くさび型き裂が発生・成長して起こることが多い[1,2,9]。通常の耐熱合金でこの粒界すべりを抑えるには、粗大析出物の粒界上析出や粒界形状の制御が重要と考えられる[5,10]。また、高温条件下では、原子拡散に伴う回復の効果などとも関係して、結晶粒径も高温強度に影響する重要な材料学的因子になると考えられる[6,7]。

クリープ強度への結晶粒径の影響は、純銅[11]、アルミニウム合金[7]、オーステナイト耐熱合金[14,15]などの多くの金属や合金で検討されている。しかしながら、金属や合金の種類によってクリープ特性の結晶粒径依存性は異なることが多く、その原因の解釈も一様でない。また、最近では、材料固有のクリープ抵抗であるクリープ中の内部応力[16]の測定なども行われ、定常クリープ速度の結晶粒径依存性と内部応力の関係なども議論されている[12,13]。高温疲労においては、疲労繰返し中に繰返し数依存の疲労損傷と時間依存のクリープ損傷の両方が生じることもあるため、いわゆるクリープ・疲労の相互作用が問題となる[2]。そのため、銅および黄銅[17]、オーステナイト耐熱鋼[18]、Ni基耐熱合金[19,20]などを用いて、高温強度への結晶粒径の影響が検討

されているが、系統的な研究が少なく、不明な点が多い。

高温強度への粒界性状の影響に関しては、実用的な見地から、結晶粒界に析出物を生じさせて粒界形状をジグザグ化し、粒界すべりを抑制して強度の改善をはかる研究がさかに行われている。山崎は、オーステナイト耐熱鋼において、結晶粒界に粗大炭化物を生じさせてジグザグにすると、クリープ破断強度が改善されることを見出した[10]。さらに、宮川、小林らは、数種類のオーステナイト耐熱鋼を用いて、熱処理によって粒界形状をジグザグにし強化すると、クリープ破断強度が改善されることを示した[21-24]。松尾らは、Ni 基耐熱合金において、結晶粒界に π 相などを析出させるとクリープ強度が改善されることを見出した[25]。また、山本らはオーステナイト耐熱鋼を用いて、粒界形状ジグザグ化による高温低サイクル疲労強度の改善について検討した[26]。さらに、宮川らの研究グループは、オーステナイト耐熱鋼を用いて、粒界反応型析出(以後粒界反応と略記する)と呼ばれるパーライト状の析出物の発生機構、および粒界形状ジグザグ化によるクリープ強度の改善について研究を行った[27-29]。そして、粒界反応を少量生じさせると、粗大析出物が結晶粒界に生じて粒界形状はジグザグ化し、クリープ強度が改善されることを見出した。しかしながら、この方法をオーステナイト耐熱鋼以外の合金系に應用して、高温強度の改善を検討した研究はほとんどない。たとえば、高炭素含有のコバルト基合金 HS-21 は、熱処理によっては粒界反応が生じることが知られているが[30]、その発生機構や発生に伴う機械的性質の変化[31]などは十分に研究されていない。さらに、粒界反応の発生に伴う粒界形状ジグザグ化の効果が、高温低サイクル疲労のようなクリープ損傷と疲労損傷が重畳する条件下で、耐熱合金の寿命改善にどの程度寄与するかなど[32]に関してはまだ不明である。

前述のように、クリープと疲労の重畳条件下では、時間依存のクリープ損傷と繰返し数依存の疲労損傷が重畳して生じるため、材料の強度を的確に評価することが困難な場合が多い[33]。このような条件下の損傷を見積もる方法はこれまでに数多く提案されているが、簡便な手法としてはクリープと疲労の線型損傷則が一般によく知られている[33, 34]。この線形損傷則に基づく破断寿命の推定には、かなりの誤差を生じるという報告

もあるが [35]、これはクリープ損傷を評価する手法に問題があることによる場合が多い [35,36]。一方、Manson らによって提案されたひずみ範囲分割法 [37-39] は、基本的には疲労繰返し変形における非弾性ひずみを時間依存性のクリープひずみ成分と時間に依存しない塑性ひずみ成分に分け、これらの非弾性ひずみ成分と疲労寿命の関係をもとにして、クリープ・疲労の重畳条件下における疲労寿命を推定するものである。Manson らはこの手法を用いて、オーステナイト耐熱鋼の疲労寿命へのひずみ波形や試験温度の影響を検討した。また、最近この手法に基づいて、疲労寿命への雰囲気効果 [40] や時効の影響 [41,42] などにもさかんに検討されており、この手法はクリープ・疲労の重畳条件下での繰返し変形の対称性、試験温度、あるいは破壊形態などと疲労寿命の関係を明らかにするうえで、有効な手法として期待されている [43]。したがって、この手法は、結晶粒径や粒界形状を含む材料学的諸因子の高温強度への影響を定量的に評価する上で有用と考えられる。

さて、高温においては、粒界三重点にくさび型き裂が発生して破断に至ることが多い。粒界三重点におけるくさび型き裂の発生に関する解析は、最初 Zener によって行われた [1]。その後、McLean [44] はすべり帯先端での応力集中に関する Stroh の計算式 [45] をもとにして、すべりを生じた結晶粒界の先端でき裂を生成するのに必要な最小の応力を推定した。McLean の条件式は Nimonic 合金を用いたクリープ試験などにおいて、実験結果とよく一致することが報告されている [1]。また、高温では原子拡散による回復が活発化して結晶粒界での応力集中を低下させ [46]、き裂発生に影響を与えと思われるが [47]、この点を考慮したき裂発生に関する解析的研究はほとんどなかった。Eshelby の等価介在物法を応用した微視力学モデルに基づく解析手法 [48] は、物理的意味のあいまいなパラメータを含めずに、原子拡散による回復の効果を取り入れている点に特長がある [47]。森らは、この Eshelby の等価介在物の手法を応用して、各種形状の第二相を含む分散強化合金の変形挙動や球状介在物を含む金属材料の静的および動的回復の問題 [49] について解析を行った。さらに、同様の手法を応用して、球状介在物を含む材料の原子拡散による回復の問題 [49-51]、あるいは球状介在物と母相の剥離の問題 [52,53] などが解析されている。また、森ら [54] は、原子拡散の影響を考慮したモデルを用いて、第二相介在物による粒界すべりの阻止効果について検討した。さらに、坂木

[55] は結晶粒界を偏平な円体介在物に近似するモデルを提案した。田中と著者 [56] は、これらの手法を発展させて、原子拡散による回復の効果を考慮した、くさび型粒界き裂発生モデルを提案している。このモデルは高温破壊におよぼす結晶粒径や粒界形状などの材料学的諸因子の影響を評価することにも応用できると考えられる。

そこで本研究では、実用合金であるオーステナイト系 SUS304 ステンレス鋼、21Cr-4Ni-9Mn鋼、およびコバルト基超合金 HS-21 を用いて、クリープおよびクリープ・疲労重畳条件下の高温強度への、結晶粒径や粒界形状を含む材料学的諸因子の影響を調べた。そして、微細組織制御による高温強度改善の可能性について実験的に検討した。また、原子拡散の生じる高温条件下での粒界き裂の発生を微視力学モデルに基づいて解析し、微細組織制御による高温強度改善の機構について理論的に検討した。

はじめに、クリープ強度におよぼす結晶粒径、および粒界反応を利用した結晶粒界のジグザグ化の影響について検討した。まず、クリープ強度におよぼす結晶粒径の影響を、粒内析出を十分に生じさせた 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と、析出物をほとんど含まない SUS304 鋼を用いて調べた。また、応力急変試験や温度急変試験を行って、クリープ中の内部応力やクリープの活性化エネルギーを求め、クリープ変形特性に結晶粒径依存性が生じる原因などについて詳細に検討した。そののち、クリープ強度への粒界形状ジグザグ化の影響について、コバルト基超合金 HS-21 を用いて検討した。HS-21 においては、粒界反応の発生機構についても不明な点が多いため、クリープ破断特性とともに粒界反応や粒内析出の発生への熱処理条件の影響も調べた。クリープ破断特性への粒界反応の影響については、同様に粒界反応が生じる 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の場合と比較しながら検討した。

つぎに、クリープ・疲労の重畳条件下における高温強度への、結晶粒径や粒界形状ジグザグ化の影響について調べた。クリープ・疲労重畳条件下の強度への材料学的因子の影響を系統的に検討するには、クリープ損傷、疲労損傷、およびクリープ・疲労の相互作用を正確に評価できる損傷評価法を用いることが必要である。そこで、まず、クリープ・疲労の重畳条件下としては最も基本的な、クリープと疲労が交互に負荷される波形を用いた高温疲労試験を行って、実験結果と線形損傷則やひずみ範囲分割法による疲労寿命の予測

結果とを比較し、これらの手法の有効性について検討した。そのうち、クリープ・疲労重畳条件下の高温低サイクル疲労強度への結晶粒径の影響を、SUS304 鋼を用いて調べた。疲労特性はひずみ範囲分割法を用いて解析し、非弾性ひずみ範囲の発生や破壊形態の変化などへの結晶粒径の影響について詳細に検討した。 つぎに、クリープ・疲労重畳条件下における高温低サイクル疲労強度への粒界形状ジグザグ化の影響を、21Cr-4Ni-9Mn 鋼を用いて調べた。また、破断後の組織を観察して結晶粒界のジグザグ化に伴う破壊形態の変化などを調べた。

さらに、高温条件下での粒界き裂の発生を微視力学モデルを用いて解析し、結晶粒微細化と粒界形状ジグザグ化による高温強度の改善効果について検討した。まず、粒界三重点に粒界すべりが蓄積してくさび型き裂が発生する場合について、原子拡散による回復の効果を考慮して解析した。そして、くさび型き裂発生時の臨界クリープ速度などを求めた。その結果をもとにしてクリープ破断寿命の予測を行い、実験結果と比較してこのモデルの妥当性を検討した。また、このモデルを半周期ごとに変形方向が変わる高温疲労条件下のき裂発生問題に応用した。つぎに、この微視力学モデルを応用して、結晶粒微細化や粒界形状ジグザグ化による高温強度改善効果について定量的に検討した。また、一部の条件下ではくさび型き裂とは異なる型の粒界き裂が生じる。これは、各結晶粒の変形能の違いによる、クリープひずみの差に基づく内部応力によって生じると考えられる。本研究ではさらに、このような粒界き裂の発生を説明するための新しい微視力学モデルを提案した。

参考文献

- (1) F.Garofalo: 金属クリープの基礎(足立訳), (1968), p.209 [丸善]
- (2) 平 修二, 大谷隆一: 材料の高温強度論, (1980), p.70 [オーム社]
- (3) 辛島誠一: 鉄と鋼, 65(1979), p.820
- (4) G.E.Dieter: Mechanical Metallurgy (second edition), (1976), p.415

- (5) 田中良平: 鉄鋼材料の高温損傷とその対策 (第102, 103 回西山記念技術講座), (1985), p.133 [日本鉄鋼協会]
- (6) 渡辺忠雄: 第23回材料強度と破壊国内シンポジウム論文集, (1978), p.1
- (7) J.P.Poirier: 結晶の高温塑性 (船久保監修), (1980), p.72 [養賢堂]
- (8) 美野和明: 機械の研究, 36(1984), p.1307
- (9) 平修二, 藤野宗昭, 吉田稔: 材料, 27(1978), p.447
- (10) 山崎道夫: 日本金属学会誌, 30(1966), p.1032
- (11) C.R.Barrett, J.L.Lytton and O.D.Sherby: Trans. Metall. Soc. AIME, 239 (1967), p.170
- (12) Y.Takahashi and T.Yamane: J. Mater. Sci., 14(1979), p.2818
- (13) 近藤義宏, 松尾孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, 65(1979), p.896
- (14) 文献(1) の p.27
- (15) 田村学, 亀村圭樹, 渡辺力蔵, 千葉芳孝: 鉄と鋼, 65(1979), p.1022
- (16) 吉永日出男: 日本金属学会報, 16(1977), p.197
- (17) 山田敏郎, 幡中憲治, 広瀬勇次: 材料, 22(1973), p.335
- (18) K.Yamaguchi and K.Kanazawa: Met. Trans. A, 11A(1980), p.1691
- (19) 吉葉正行, 宮川大海, 藤代大: 日本機械学会論文集(A編), 50(1984), p.1443
- (20) 服部博, 北川正樹, 大友暁: 鉄と鋼, 68(1982), p.2521
- (21) 嵯峨卓郎, 宮川大海, 小林光征, 藤代大: 鉄と鋼, 56(1970), p.55
- (22) 小林光征, 宮川大海, 嵯峨卓郎, 藤代大: 鉄と鋼, 58(1972), p.751
- (23) 小林光征, 山本優, 宮川大海, 嵯峨卓郎: 鉄と鋼, 58(1972), p.859
- (24) 宮川大海, 小林光征, 山本優: 学振 123委研究報告, 13(1972), p.31
- (25) 松尾孝, 大村圭一, 田中良平: 鉄と鋼, 71(1985), p.1009
- (26) 山本優, 堀内康, 宮川大海, 藤代大: 鉄と鋼, 69(1983), p.97
- (27) 田中学, 宮川大海, 坂木庸晃, 藤代大: 日本金属学会誌, 40(1976), p.543
- (28) 田中学, 宮川大海, 坂木庸晃, 藤代大: 鉄と鋼, 65(1979), p.939

- (29) 藤田春彦, 田中学, 宮川大海, 坂木庸晃: 日本機械学会論文集(A編), 45(1979), p.1451
- (30) R.N.Taylor and R.B.Walerhouse: J. Mater. Sci., 18(1983), p.3265
- (31) 飯塚博, 田中学: 鉄と鋼, 71(1985), p.727
- (32) 飯塚博, 田中学, 宮川大海, 藤代大: 日本機械学会論文集(A編), 51(1985), p.2569
- (33) 日本材料学会高温強度部門委員会: 第23回高温強度シンポジウム前刷集, (1985), p.10
- (34) 大南正瑛, 坂根政男: 機械の研究, 28(1976), p.499
- (35) 大谷隆一: 鉄と鋼, 66(1980), p.2106
- (36) 飯塚博, 藤田春彦, 田中学: 材料, 32(1983), p.1174
- (37) S.S.Manson: ASTM STP 520, (1973), p.744
- (38) G.R.Halford, M.H.Hirschberg and S.S.Manson: ASTM STP 520, (1973), p.685
- (39) 日本鉄鋼協会高温強度研究委員会: ひずみ範囲分割法による 18Cr-8Ni 鋼の高温低サイクル疲労特性の検討, (1981), p.209 [日本鉄鋼協会]
- (40) 平川賢爾, 時政勝行: 鉄と鋼, 28(1979), p.386
- (41) 平川賢爾, 時政勝行, 外山和男: 鉄と鋼, 65(1979), p.916
- (42) 山田武海, 関口英男, 東祥三: 学振 123委研究報告, 24(1983), p.385
- (43) 大谷隆一: 日本金属学会報, 22(1983), p.190
- (44) D.McLean: J. Inst. Met., 85(1956-57), p.468
- (45) A.N.Stroh: Proc. Roy. Soc., Ser.A, 223(1954), p.404
- (46) M.F.Ashby: Proc. 2nd Int. Conf. Strength of Metals and Alloys, 2(1970), p.534
- (47) 田中学: 日本機械学会論文集(A編), 49(1983), p.1491
- (48) 村外志夫, 森勉: マイクロメカニックス, (1976), p.105 [培風館]
- (49) T.Mori and H.Tokushige: Acta Met., 25(1977), p.635

- (50) 松浦圭助: 日本金属学会誌, 44(1980), p.346
- (51) M.Tanaka and H.Iizuka: J. Mater. Sci., 19(1984), p.3976
- (52) M.Tanaka and H.Iizuka: J. Mater. Sci., 20(1985), p.3750
- (53) H.Iizuka and M.Tanaka: J. Mater. Sci., 21(1986), p.611
- (54) T.Mori, M.Koda, R.Monzen and T.Mura: Acta Metall., 31(1983), p.275
- (55) T.Sakaki: Scripta Met., 8(1974), p.189
- (56) M.Tanaka and H.Iizuka: Proc. 7th Int. Conf. Strength of Metals and Alloys, 1(1985), p.629

第2章 クリープ強度におよぼす結晶粒径の影響

2-1 緒言

クリープ変形およびクリープ破断寿命の結晶粒径依存性については、これまでに多くの研究が行われている[1-10]。しかしながら、金属や合金の種類によってクリープ特性の結晶粒径依存性は異なるため、その原因の解釈も一様ではない。Garofalo ら[1]は、オーステナイト鋼を用いた研究で、定常クリープ速度を最小にする結晶粒径 D_{min} が存在することを見出した。そして、その理由を結晶粒界と亜粒界での転位の生成に基づくモデルによって説明した。一方、Barrett ら[2]は、純銅では定常クリープ速度を最小にするような結晶粒径 D_{min} は存在しないことを報告し、その理由として、広域の粒界すべりやクリープ中に形成されるサブグレイン組織が定常クリープ速度に大きく影響することを示した。また、クリープ機構が異なると、定常クリープ速度の結晶粒径依存性などが異なることも考えられる[3]。さらに、最近では、材料固有のクリープ抵抗であるクリープ中の内部応力の測定がさかんに行われており、内部応力と転位組織[5-7,11,12]、内部応力と析出物[13-18]、および定常クリープ速度の結晶粒径依存性と内部応力の関係[5-7]についても議論されている。

クリープ中に析出が進行する場合には、生じた析出物がクリープ変形挙動などに影響をおよぼすため[9,10,19,20]、クリープ変形への結晶粒径の影響のみを調べることはむずかしい。内燃機関用排気弁などに用いられるオーステナイト耐熱鋼や Ni 基耐熱合金は、熱処理などによって析出硬化させたのちに使用されるのが普通である。したがって、析出硬化させた組織についてクリープ特性の結晶粒径依存性を調べることは実用上興味深い。が、詳細な検討はあまりなされていない。

そこで本研究では、熱処理によって十分に析出硬化させたオーステナイト系 21Cr-4Ni-9Mn 排気弁用鋼を用い、クリープ破断特性の結晶粒径依存性を調べた。また、定常クリープ中の内部応力やクリープの活性化エネルギーを測定し、定常クリープ速度の結晶粒径依存

性がどのような機構によって生じるかについて考察した。さらに、同様の試験を析出物をほとんど含まないオーステナイト系 SUS304 鋼についても行い、比較検討した。

2-2 供試材および実験方法

供試材は $\phi 16\text{mm}$ に鍛伸した市販の 21Cr-4Ni-9Mn 排気弁用鋼と、 $\phi 16\text{mm}$ および $\phi 20\text{mm}$ の市販の SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼である。表2-1 にそれらの化学成分を示した。 $\phi 20\text{mm}$ の SUS304 (B) 鋼はクリープ破断試験のみに用いた。表2-2 に各鋼に施した熱処理と、それによって生じた結晶粒径の値を示した。結晶粒径の測定は光顕写真を用いて線分析法により、50-300 個の結晶粒について行った。21Cr-4Ni-9Mn 鋼については、1373K-1573K の温度で溶体化処理を行い、 $8.4\mu\text{m}$ - $310\mu\text{m}$ の範囲で結晶粒径を変えた。そのうち、1023K で 30 h の時効を施して M_{23}C_6 型炭化物を十分に析出させた。SUS304 (A) 鋼については、1273K-1523K の温度範囲で溶体化処理を行い、結晶粒径を $15\mu\text{m}$ - $250\mu\text{m}$ の範囲で変化させた。SUS304 (B) 鋼では、1323K-1573K の温度範囲で溶体化処理を行い、 $40\mu\text{m}$ - $400\mu\text{m}$ の範囲で結晶粒径を変えた。写真2-1 に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の各熱処理後の光顕組織を示した。結晶粒径が最も小さい $8.4\mu\text{m}$ の試料では溶体化がやや不完全なため残留析出物が多かったが、結晶粒の大きさはいずれの試料もほぼ均一であった。SUS304 鋼については、すべての溶体化処理材において、残留析出物のほとんどないオーステナイト単相の組織が得られた。

図2-1 に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の結晶粒内に析出した M_{23}C_6 型炭化物の平均粒子寸法、平均粒子間隔およびその析出量を示した。各々の値は、結晶粒径が $8.4\mu\text{m}$ の試料を除けば、ほぼ一定であった。また、図2-2 に結晶粒界上に析出した炭化物の平均粒子寸法と平均粒子間隔を示した。結晶粒内に析出した炭化物の場合と同様に、 $8.4\mu\text{m}$ の結晶粒径の試料以外は、それらの値はほぼ一定であった。透過電顕観察の結果、この粒内析出物はクリープ試験中にはほとんど凝集粗大化しないことが確認された。また、SUS304 鋼では少量の M_{23}C_6 型炭化物が 973K の比較的長時間のクリープにおいて析出した

表2-1 各供試材の化学成分 (wt%)

Steel	C	N	Cr	Ni	Mn	Si	S	P	Fe
21Cr-4Ni-9Mn	0.54	0.39	21.10	4.07	9.74	0.19	0.008	0.017	bal.
SUS304 (A)	0.08	—	18.04	8.60	1.32	0.34	0.016	0.032	bal.
SUS 304 (B)	0.07	—	18.63	8.40	1.54	0.59	0.008	0.033	bal.

表2-2 各供試材に施した熱処理と結晶粒径

Steel	Heat treatment	Grain diameter (μm)
21Cr-4Ni-9Mn	1373K × 1.0h → W.Q. + 1023K × 30h → A.C.	8.4
	1423K × 1.0h → W.Q. + 1023K × 30h → A.C.	24
	1473K × 1.0h → W.Q. + 1023K × 30h → A.C.	99
	1523K × 1.0h → W.Q. + 1023K × 30h → A.C.	180
	1573K × 1.0h → W.Q. + 1023K × 30h → A.C.	310
SUS304 (A)	1273K × 0.5h → W.Q.	15
	1323K × 0.5h → W.Q.	30
	1373K × 0.5h → W.Q.	65
	1423K × 0.5h → W.Q.	140
	1523K × 1.0h → W.Q.	250
SUS304 (B)	1323K × 0.5h → W.Q.	40
	1373K × 0.5h → W.Q.	90
	1423K × 0.5h → W.Q.	130
	1573K × 5.0h → W.Q.	400

A.C. : air cooled, W.Q. : water quenched

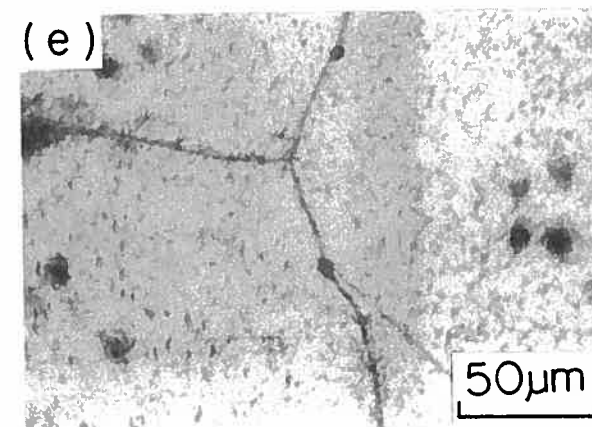
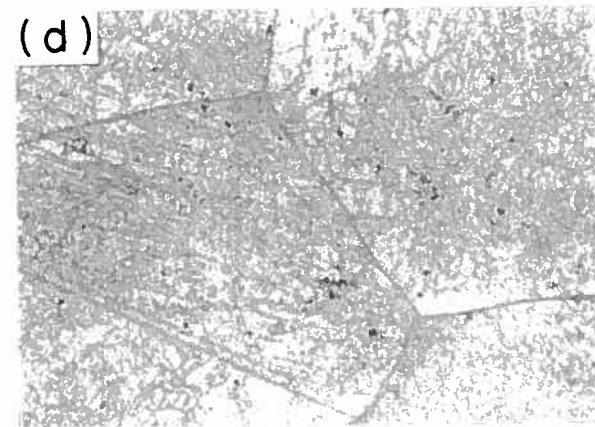
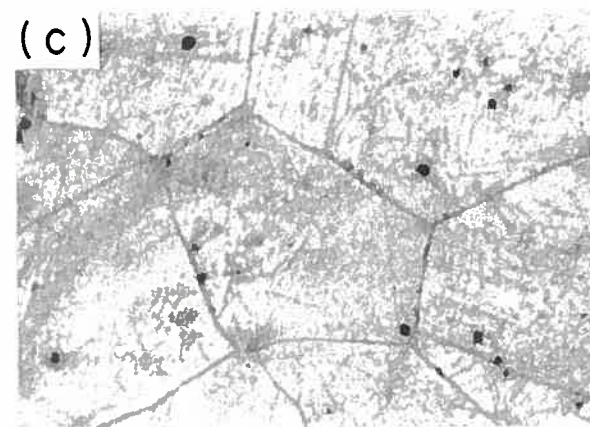
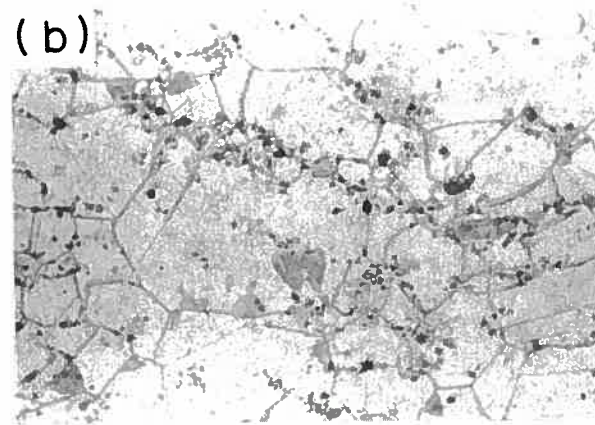
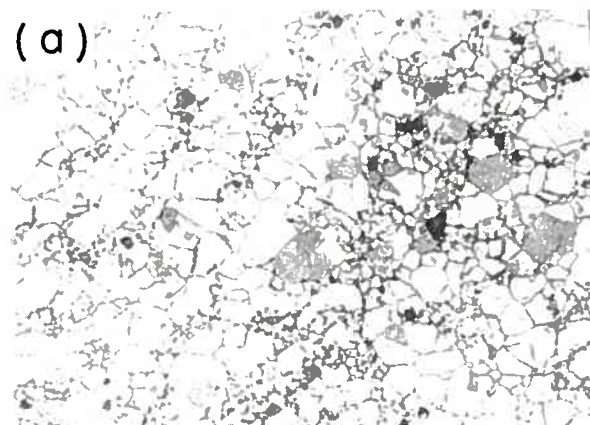


写真2-1 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の熱処理後の光顕組織 (a) $D = 8.4 \mu\text{m}$ (b) $D = 24 \mu\text{m}$
(c) $D = 99 \mu\text{m}$ (d) $D = 180 \mu\text{m}$ (e) $D = 310 \mu\text{m}$

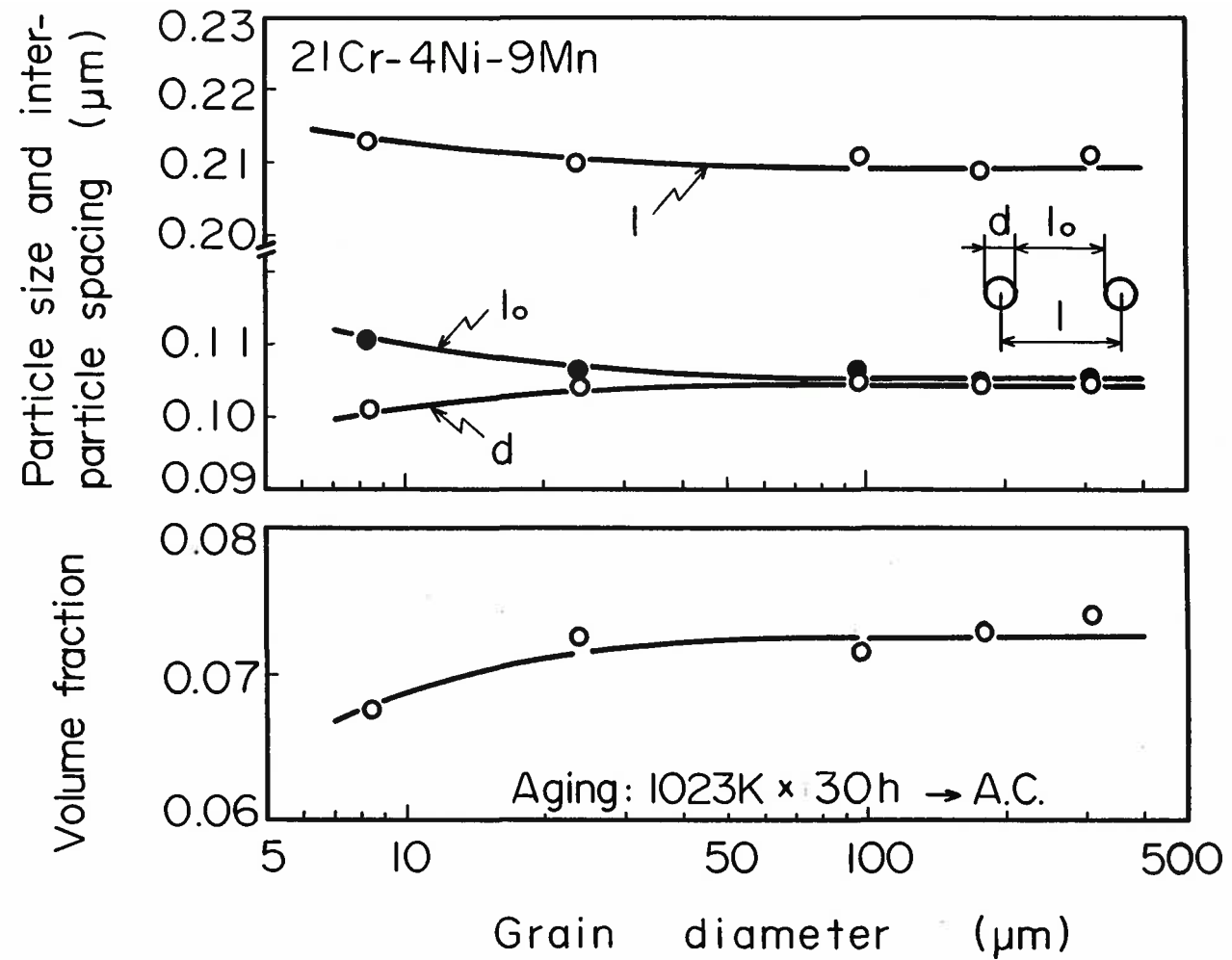


図2-1 21Cr-4Ni-9Mn鋼の結晶粒内に析出した析出物粒子の直径、粒子間隔および体積率の結晶粒径依存性

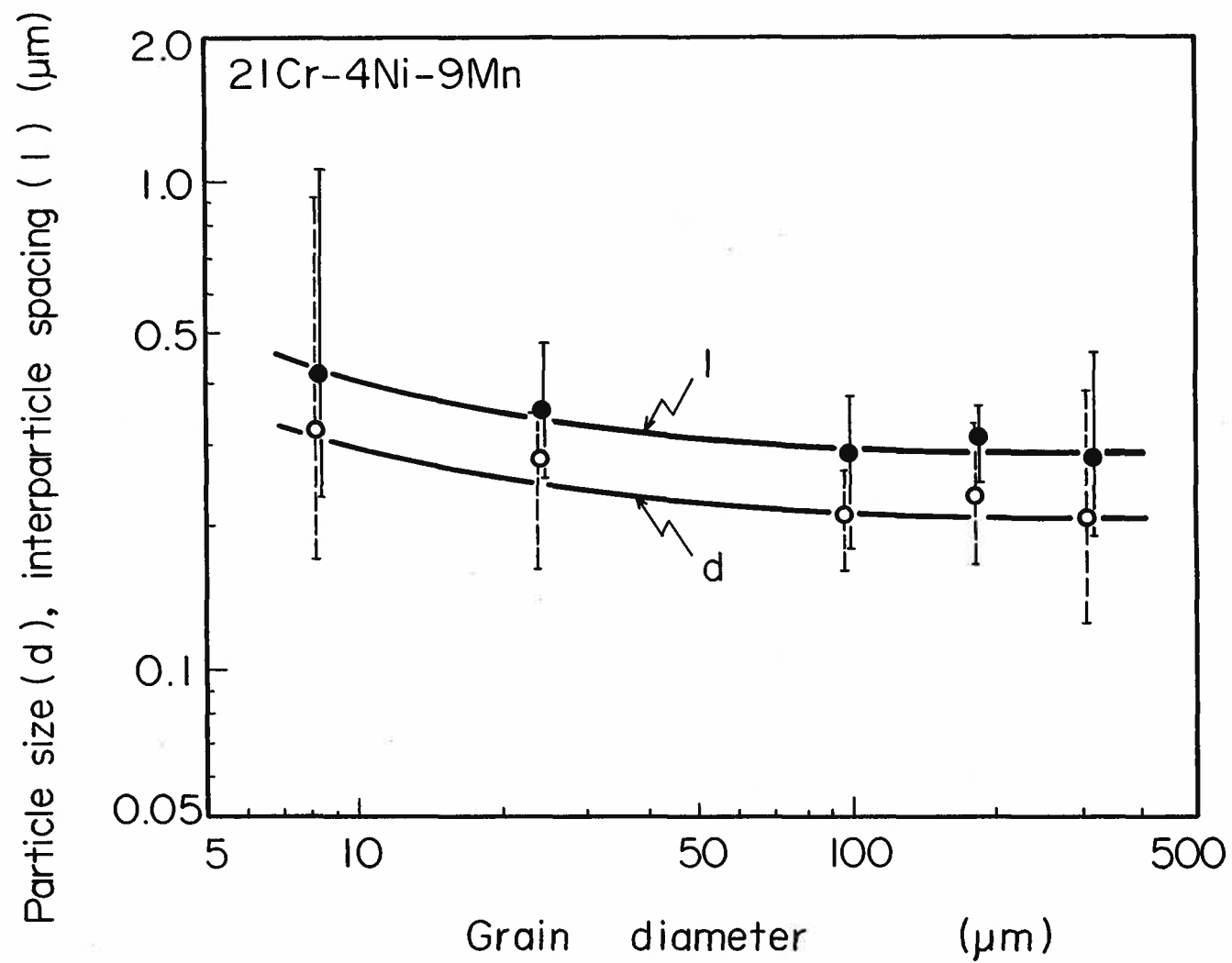


図2-2 21Cr-4Ni-9Mn鋼の結晶粒界に析出した析出物粒子の直径と粒子間隔の結晶粒径依存性

が、転位組織への影響などから考えて、定常クリープ速度や内部応力への影響は小さいと思われる。

熱処理を施したこれらの鋼から、標点間距離 30mm、直径 6mm のつば付の平滑丸棒クリープ試験片を機械加工によって作製した。クリープ破断試験は単一レバー式クリープ試験機を用いて、973K の大気中で行った。クリープ変形試験は、同種のクリープ試験機を用いて、荷重を手動で調節し、 $\pm 0.5\%$ の精度の定応力クリープ試験を 873K と 973K の大気中で行った。クリープひずみは約 $1\mu\text{m}$ の精度をもつダイヤルゲージ式の変位計を用いて測定した。ただし、内部応力の測定などのために行った特殊なクリープ試験においては、応力急変前後の試験片標点間の伸びは、変位計のアームの下端に取り付けたクリップゲージを用いて、約 $1 \times 10^{-2} \mu\text{m}$ の精度で測定した [17]。定常クリープ中の内部応力は、定常クリープ期に十分入ったのちに応力急変試験を行い、応力急変後の変形停滞時間を求め、その応力依存性から外挿法 [21] によって求めた。さらに、温度変化試験の結果から [17]、クリープの活性化エネルギーを求めた。温度変化試験での温度低下は 20K 以内とし、これに要した時間は 300s-600s であった。クリープ試験後の微細組織は光顕と透過電顕を用いて観察した。なお、組織観察用のクリープ試験片は、クリープ中の変形組織を保存するために、応力を負荷したまま室温まで冷却した。

2-3 実験結果

2-3-1 クリープ破断特性の結晶粒径依存性

図2-3 に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と SUS304 鋼の 973K におけるクリープ破断寿命の結晶粒径依存性を示した。21Cr-4Ni-9Mn 鋼では、応力が 196MPa のときの破断寿命は、結晶粒径が $8.4\mu\text{m}$ から $310\mu\text{m}$ に増すに伴って、約 160h から約 680h まで増加した。一方、応力が 100MPa における SUS304 鋼のクリープ破断寿命は、 $40\mu\text{m}$ の結晶粒径をもつ試料では約 780h であったが、 $400\mu\text{m}$ の結晶粒径をもつ試料では約 210h となり、結晶粒径の

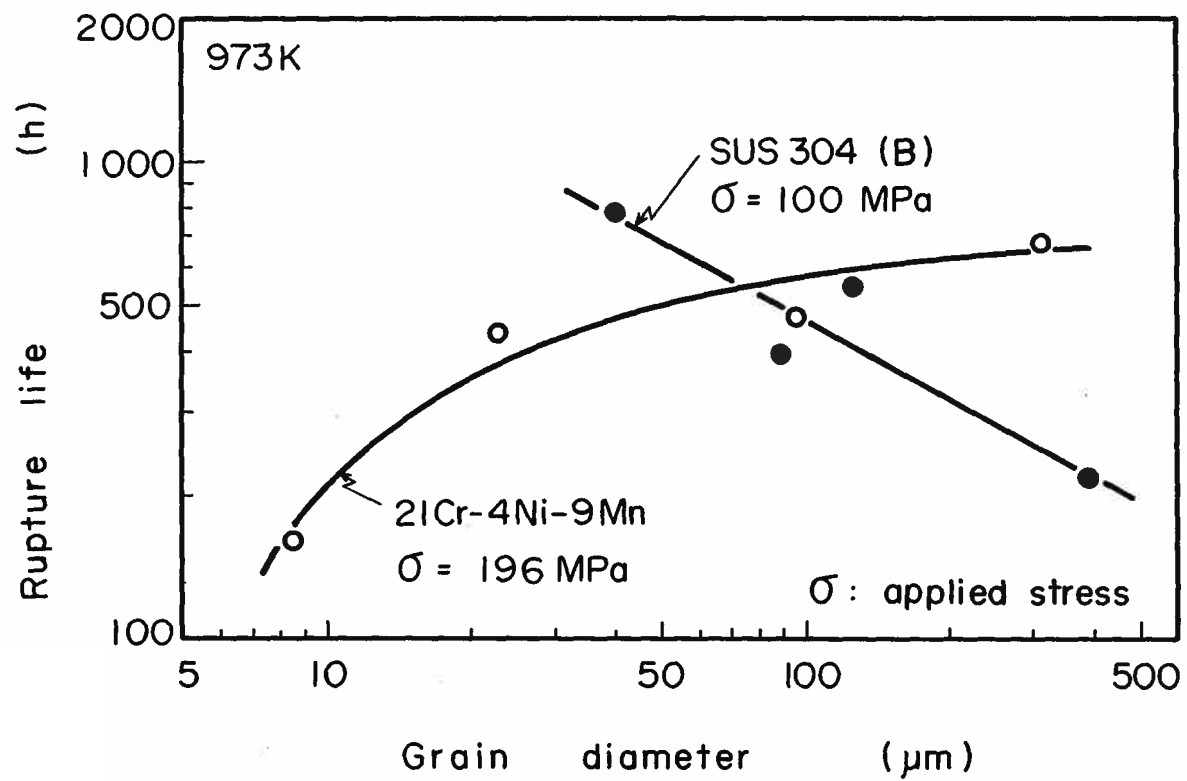


図2-3 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と SUS304 鋼のクリープ破断時間の結晶粒径依存性

増加に伴って短くなる。すなわち、クリープ破断寿命は両鋼でまったく逆の結晶粒径依存性を示す。そこで、この原因について実験結果をもとに検討した。図2-4 に両鋼の破断延性の結晶粒径依存性を示した。21Cr-4Ni-9Mn 鋼の破断延性は SUS304 鋼のそれの 1/3程度であるが、両鋼の破断延性はほぼ同じ結晶粒径依存性を示し、結晶粒径が小さくなると急激に増加する。ところが、図2-5 に示したように、21Cr-4Ni-9Mn 鋼においては、定常クリープ速度の結晶粒径依存性が大きく、結晶粒径が小さくなるに伴って急激に増加する。これに対して、SUS304 鋼の定常クリープ速度は結晶粒径が小さくなると多少増加する傾向がみられるが、その程度は 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の場合と比べて著しく小さい。すなわち、21Cr-4Ni-9Mn 鋼では、結晶粒径の減少に伴って破断延性は増加するが、定常クリープ速度も大きく加速され、結果的には細粒の試料で破断寿命が低下すると思われる。一方、SUS304 鋼では、破断延性が結晶粒径の減少に伴って著しく増加するのに対し、定常クリープ速度は結晶粒径の依存性が小さいため、細粒の試料ほど破断寿命が長くなると考えられる。

2-3-2 定常クリープ速度の結晶粒径依存性

つぎに、21Cr-4Ni-9Mn鋼と SUS304 鋼の定常クリープ速度の結晶粒径依存性について、さらに詳しく調べた。図2-6 に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼および SUS304 鋼の定常クリープ速度の結晶粒径依存性を示した。21Cr-4Ni-9Mn 鋼の定常クリープ速度は、結晶粒径が約 100 μm 以下ではいずれの温度と応力においても、結晶粒径の減少に伴って大きく増加する。また、この場合の定常クリープ速度は結晶粒径のほぼ -1 乗から -2 乗に比例していた。さらに、定常クリープ速度は 973K では結晶粒径が約 100 μm から約 200 μm のときに最小になった。873K では、結晶粒径が約 100 μm までは結晶粒径の増加とともに定常クリープ速度は減少し、100 μm を過ぎるとその減少は著しく小さくなるが、結晶粒径の増加に伴う定常クリープ速度の増加はみられない。Ni基耐熱合金では高応力になると、定常クリープ速度は結晶粒径に依存しなくなることが報告されているが[8]、本研究の 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の結果はそのような傾向とは異なっている。一方、SUS304 鋼においては、定常クリープ速度の結晶粒径依存性は 21Cr-4Ni-9Mn 鋼のそれに比べてかなり小さい。定

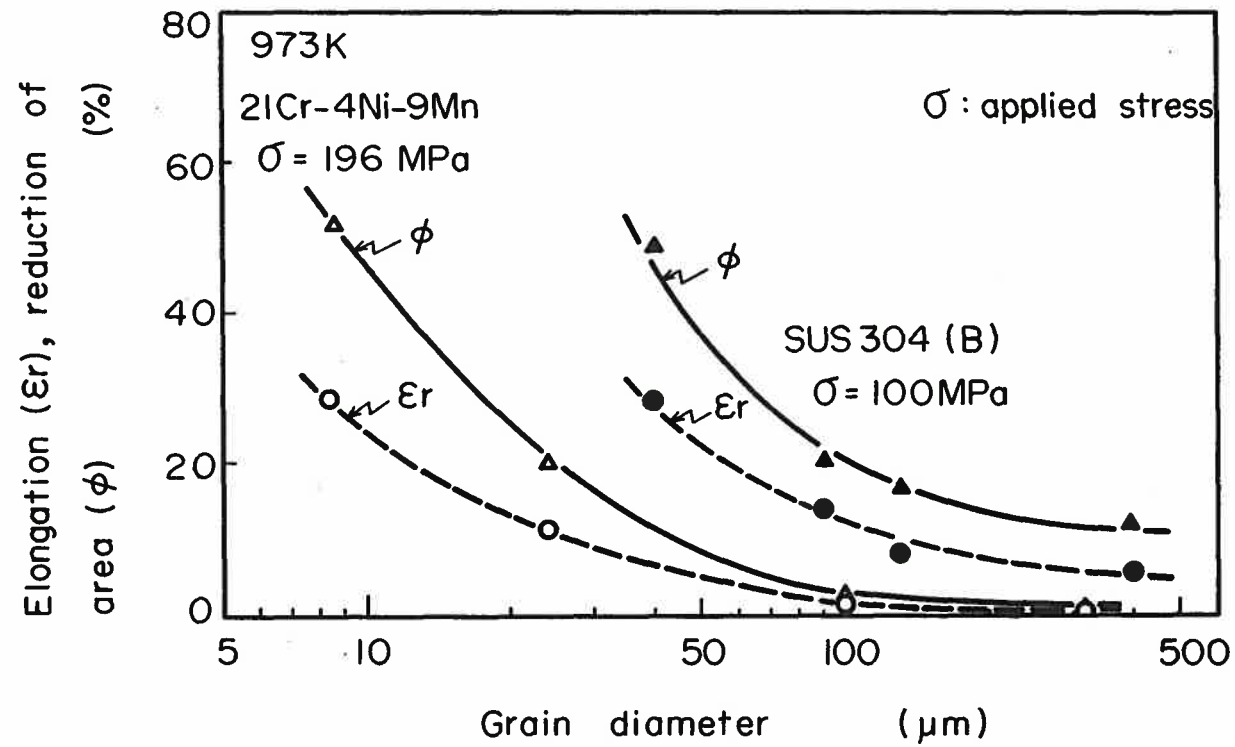


図2-4 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と SUS304 鋼の破断延性の結晶粒径依存性

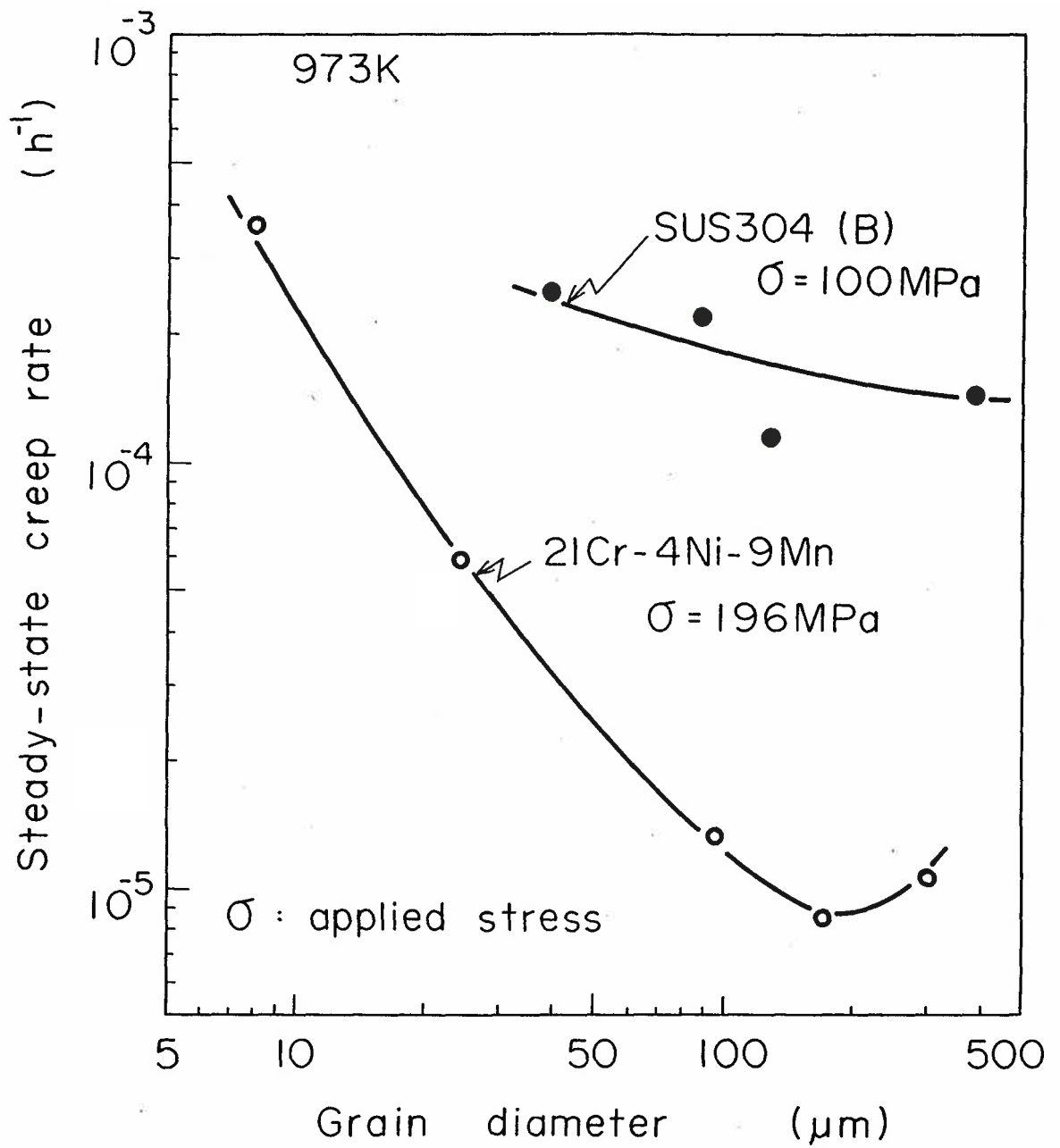


図2-5 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と SUS304 鋼の定常クリープ速度の結晶粒径依存性

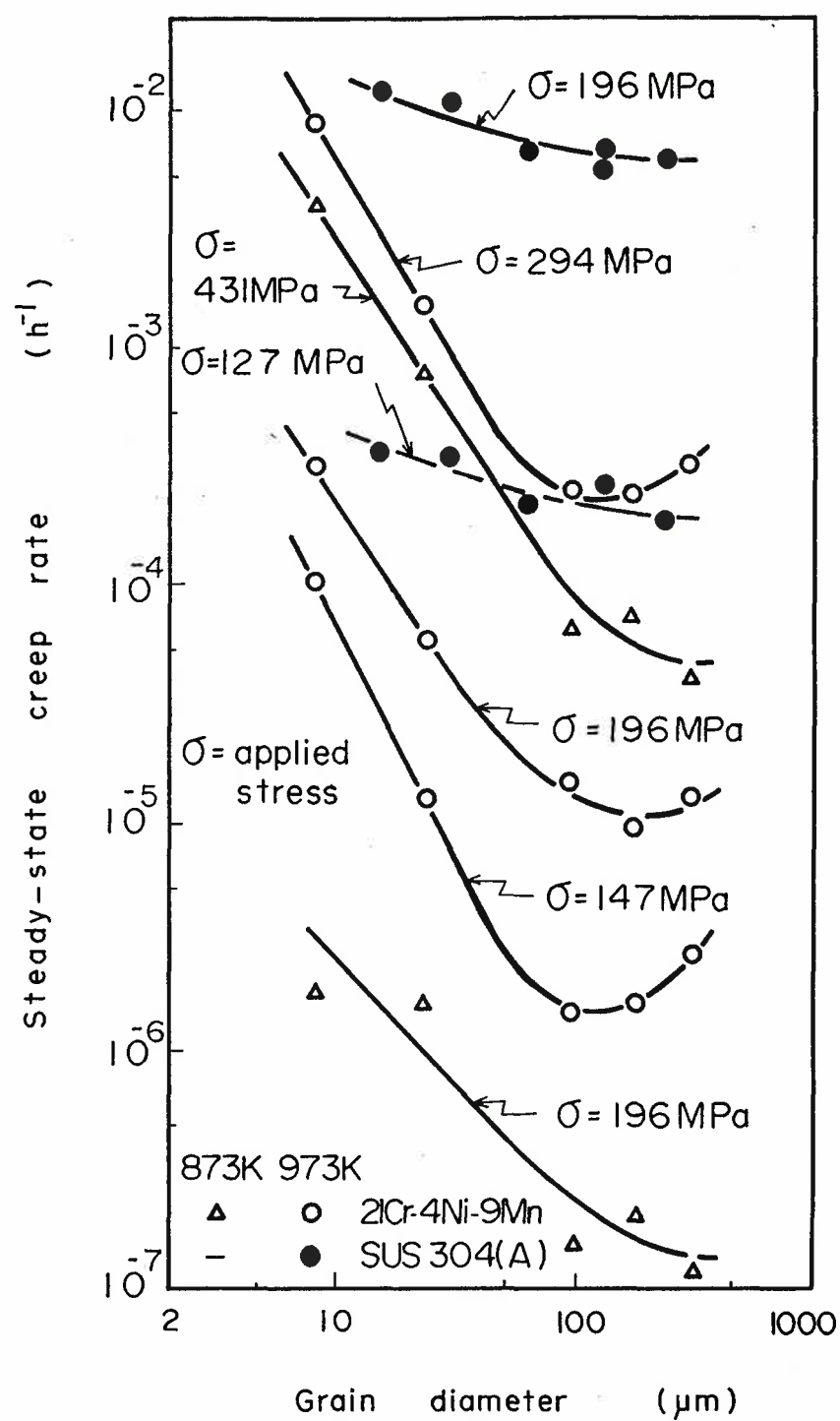


図2-6 21Cr-4Ni-9Mn鋼と SUS304 鋼の定常クリープ速度の結晶粒径依存性
におよぼす温度と応力の影響

常クリープ速度は、結晶粒性が $65\mu\text{m}$ までは、結晶粒径の増加に伴ってゆるやかに低下し、それ以上の結晶粒径ではほぼ一定になる。

図2-7 に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の定常クリープ速度の負荷応力依存性を示した。一般に、定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ は σ^n に比例するが、応力指数 n は 973K では結晶粒径によらず約 7 であり、全応力範囲にわたってほぼ一定であった。しかし、873K においては、負荷応力が約 300MPa 以上では n の値は約 14 であり、それ以下の負荷応力では約 3 になった。SUS304 鋼では、 n の値は 973K と 873K で約 8 で、全応力範囲にわたってほぼ一定であった。

2-4 考察

21Cr-4Ni-9Mn 鋼における定常クリープ速度の結晶粒径依存性は、SUS304 鋼の場合よりも大きく、その結果、両鋼におけるクリープ破断寿命の結晶粒径依存性に大きな差が生じた。そこで、つぎに両鋼の内部応力とクリープの活性化エネルギーを測定し、さらにクリープ変形後の微細組織を調べて、両鋼の定常クリープ速度の結晶粒径依存性がどのような原因によって生じるか検討した。

2-4-1 定常クリープ中の内部応力

21Cr-4Ni-9Mn 鋼を定常クリープ期まで変形させた試料の微細組織を透過電顕を用いて観察したところ、析出物の周囲では転位密度が著しく高くなっていた。また、明瞭なセル組織は観察されなかった [17]。図2-8 に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼のクリープ中の内部応力と負荷応力の関係を示した。内部応力は、873K の低応力と 973K では負荷応力の増加とともに増すが、873K の高応力では約 280MPa の一定値になった。この値は粒内析出物の粒子間隔から計算される Orowan 応力の値 ($\approx 312\text{MPa}$) [7] にほぼ等しい。このことから、高応力では、転位は析出物を Orowan 機構によって通過すると考えられる。また、低応力では内部応力はいずれも Orowan 応力よりも低い。一方、SUS304 鋼においては、い

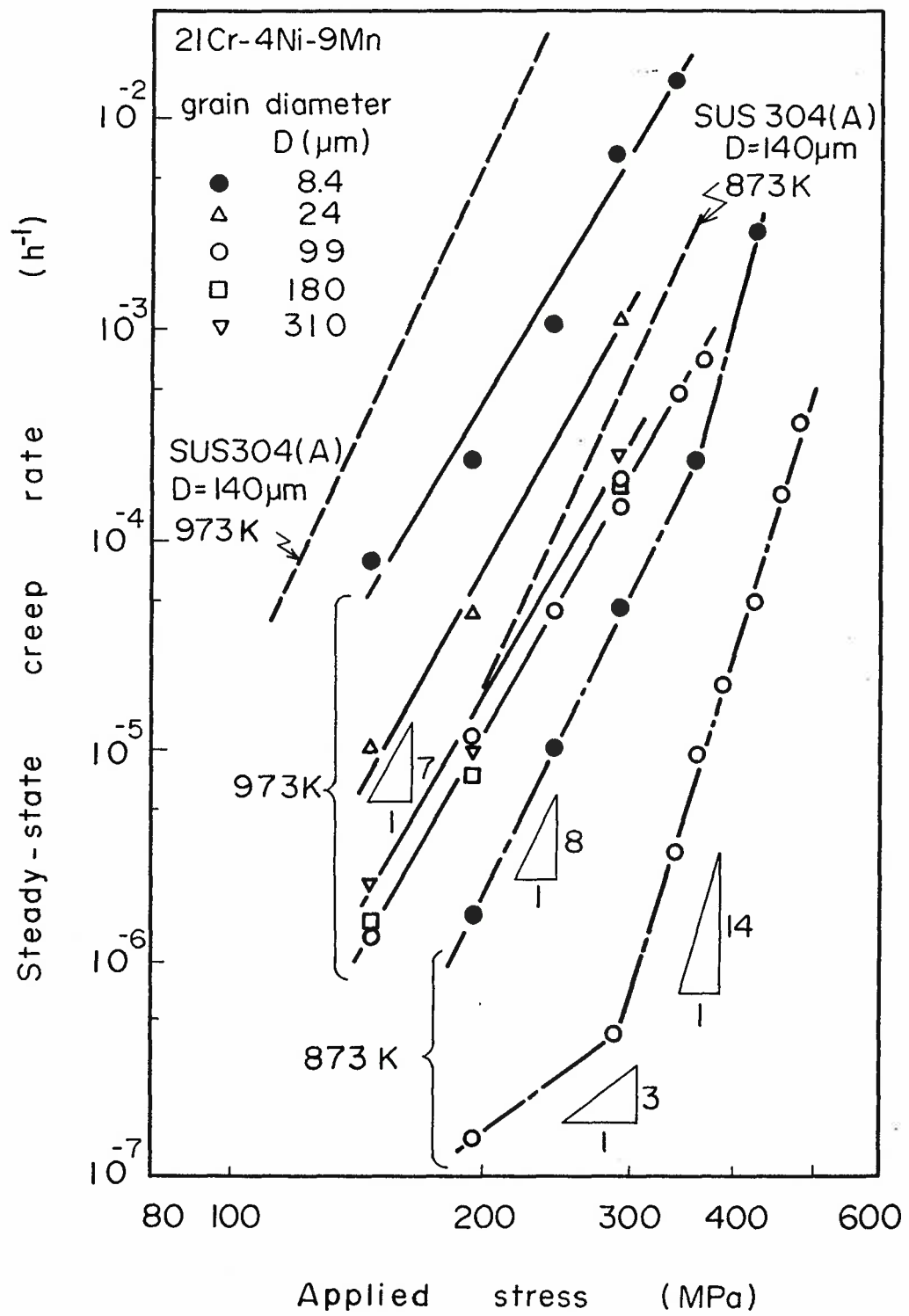


図2-7 21Cr-4Ni-9Mn鋼における定常クリープ速度の負荷応力依存性

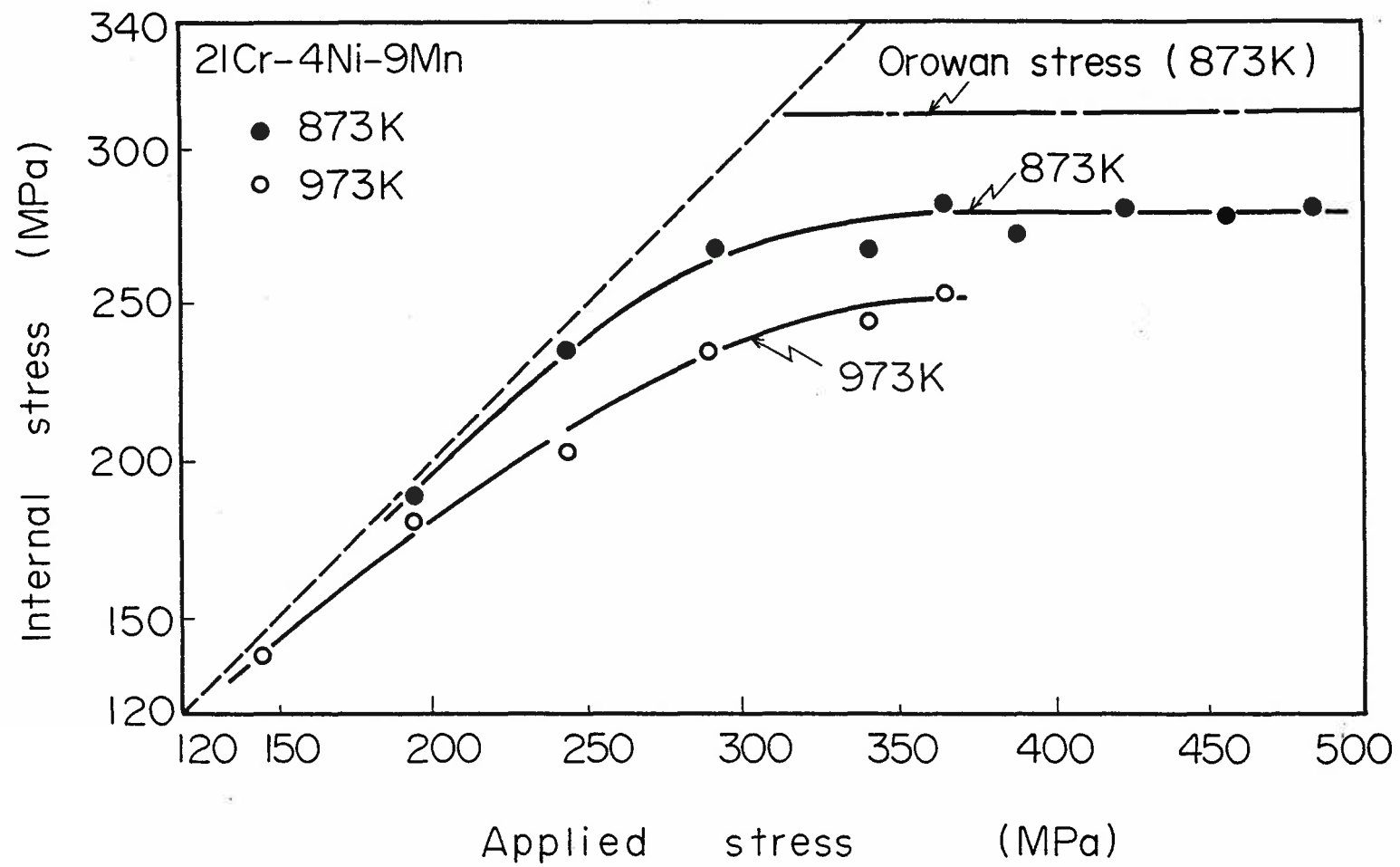


図2-8 21Cr-4Ni-9Mn鋼の定常クリープ中における内部応力と負荷応力の関係

ずれの試験条件においても、発達したセル組織が観察された [17]。図2-9 に SUS304 鋼における内部応力の負荷応力に伴う変化を示した。本研究の試験条件の範囲では 21Cr-4Ni-9Mn 鋼のように一定応力値に漸近する傾向はみられない。

長谷川らは、運動転位がセル境界を通り抜けるときに受ける抵抗によって内部応力が支配され则认为、内部応力の値を計算している [11]。本研究で用いた 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と SUS304 鋼について、らせん転位と刃状転位が半分ずつ存在すると仮定し、長谷川らと同様に、運動転位が受ける抵抗力 σ_i を次式によって計算した [17]。

$$\sigma_i = \frac{\mu b (2 - \nu)}{2 \pi (1 - \nu)} \cdot \frac{1}{\ell} \quad (2-1)$$

ここで、 ℓ は析出物近傍あるいはセル境界での平均転位間隔で、 $\ell = 1/\sqrt{\rho}$ (ρ は転位密度)、 b はバーガスベクトル、 μ は剛性率、そして ν はポアソン比である [22]。図2-10にその計算結果を実験値と比較して示した。SUS304 鋼における計算値と実験値はほぼ同じ大きさになる。このことから、SUS304 鋼の定常クリープ中の内部応力はセル境界での平均転位間隔によってほぼ決まると考えてよいだろう。また、21Cr-4Ni-9Mn 鋼の低応力側の実験結果も計算結果とよく一致する。したがって、21Cr-4Ni-9Mn 鋼の低応力条件下の内部応力の原因としては、運動転位が析出物近傍に存在する高転位密度の領域での転位どうしの切り合いのときに受ける長範囲の抵抗が考えられる。

2-4-2 定常クリープ中の内部応力とクリープの活性化エネルギーの結晶粒径依存性

図2-11に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と SUS304 鋼における定常クリープ中の内部応力 σ_i と負荷応力 σ の比 σ_i/σ の結晶粒径に伴う変化を示した。21Cr-4Ni-9Mn 鋼における内部応力は、結晶粒径が最も小さい $8.4 \mu\text{m}$ の試料でわずかに低いほかは、結晶粒径によらずほぼ一定であった。 $8.4 \mu\text{m}$ の結晶粒径をもつ試料の内部応力は、析出物の析出量が少なく析出物の分散度がやや低いために、わずかに低くなると思われる。また、 σ_i/σ の値は負荷応力が低いほど大きな値になり、1 に近づく傾向がある。さらに、一定負荷応力で比べると、温度が低いほど σ_i/σ の値は大きくなる。一方、SUS304 鋼では、

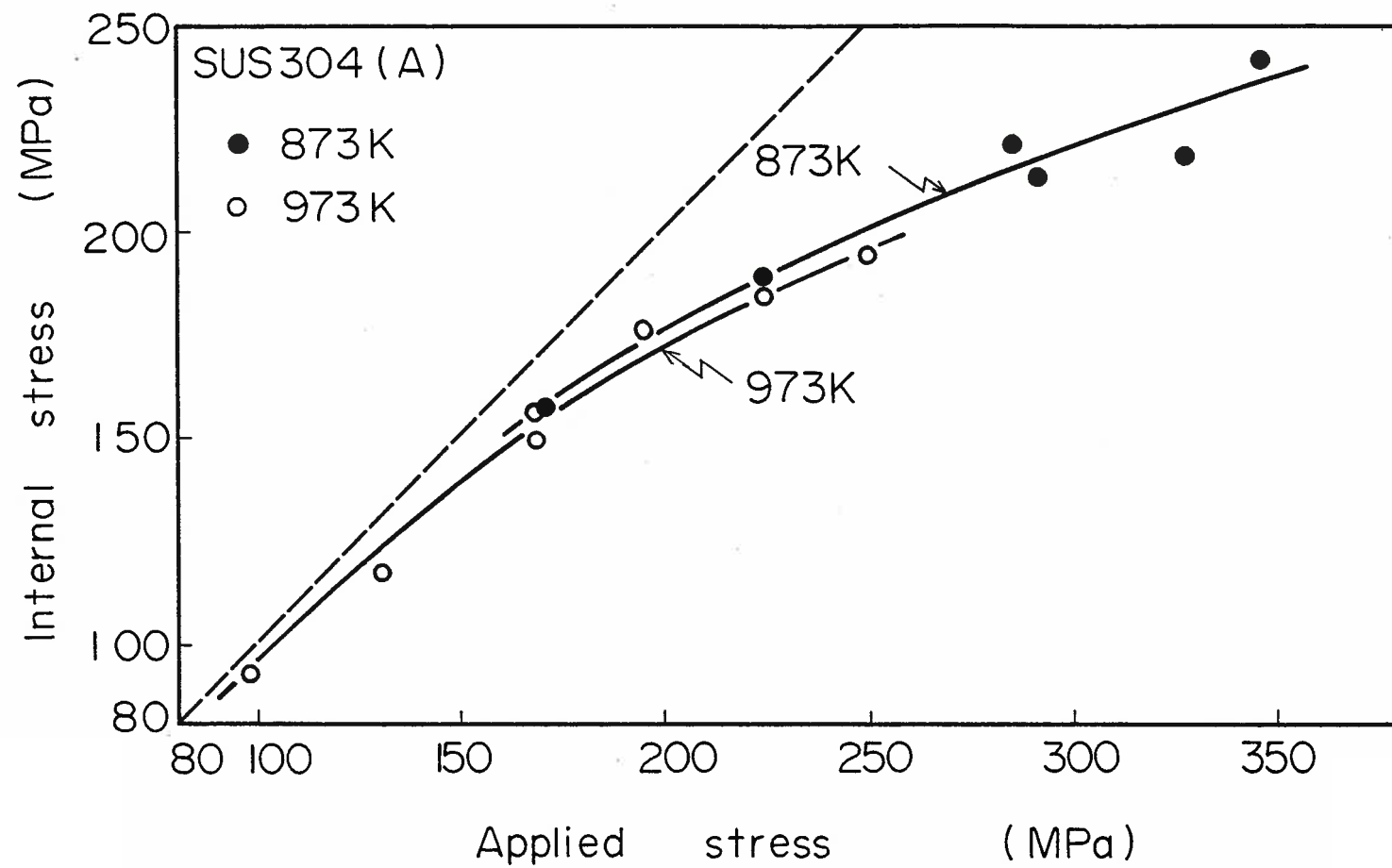


図2-9 SUS304鋼の定常クリープ中における内部応力と負荷応力の関係

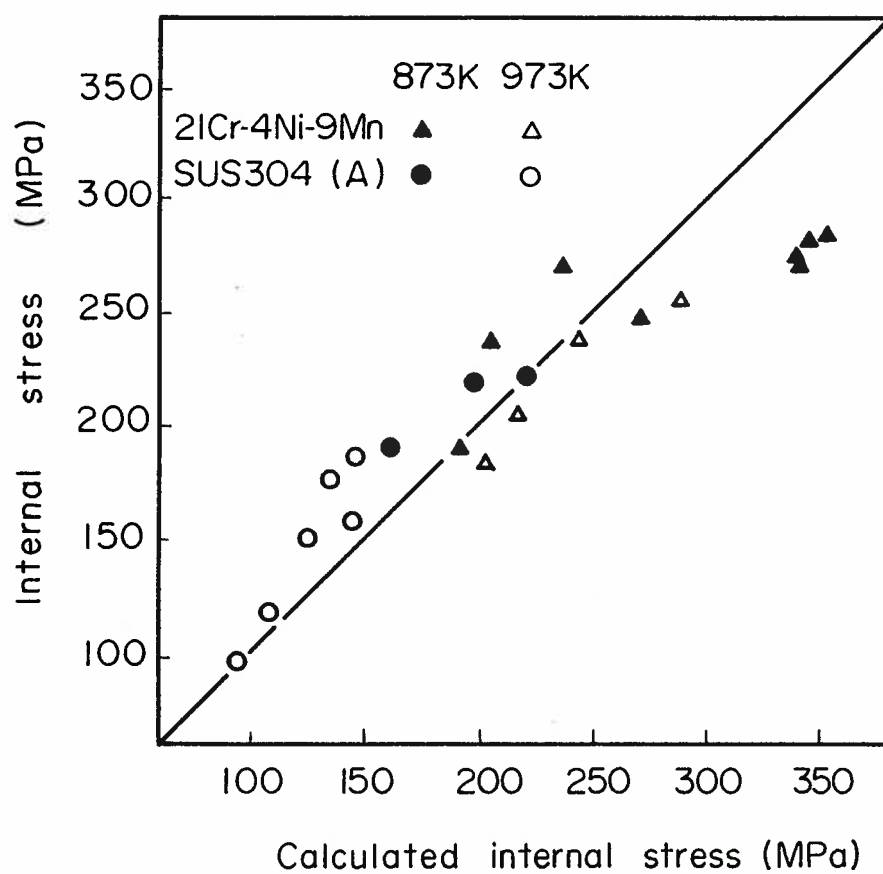


図2-10 21Cr-4Ni-9Mn鋼と SUS304 鋼において測定された内部応力値と転位密度から算出された内部応力値の比較

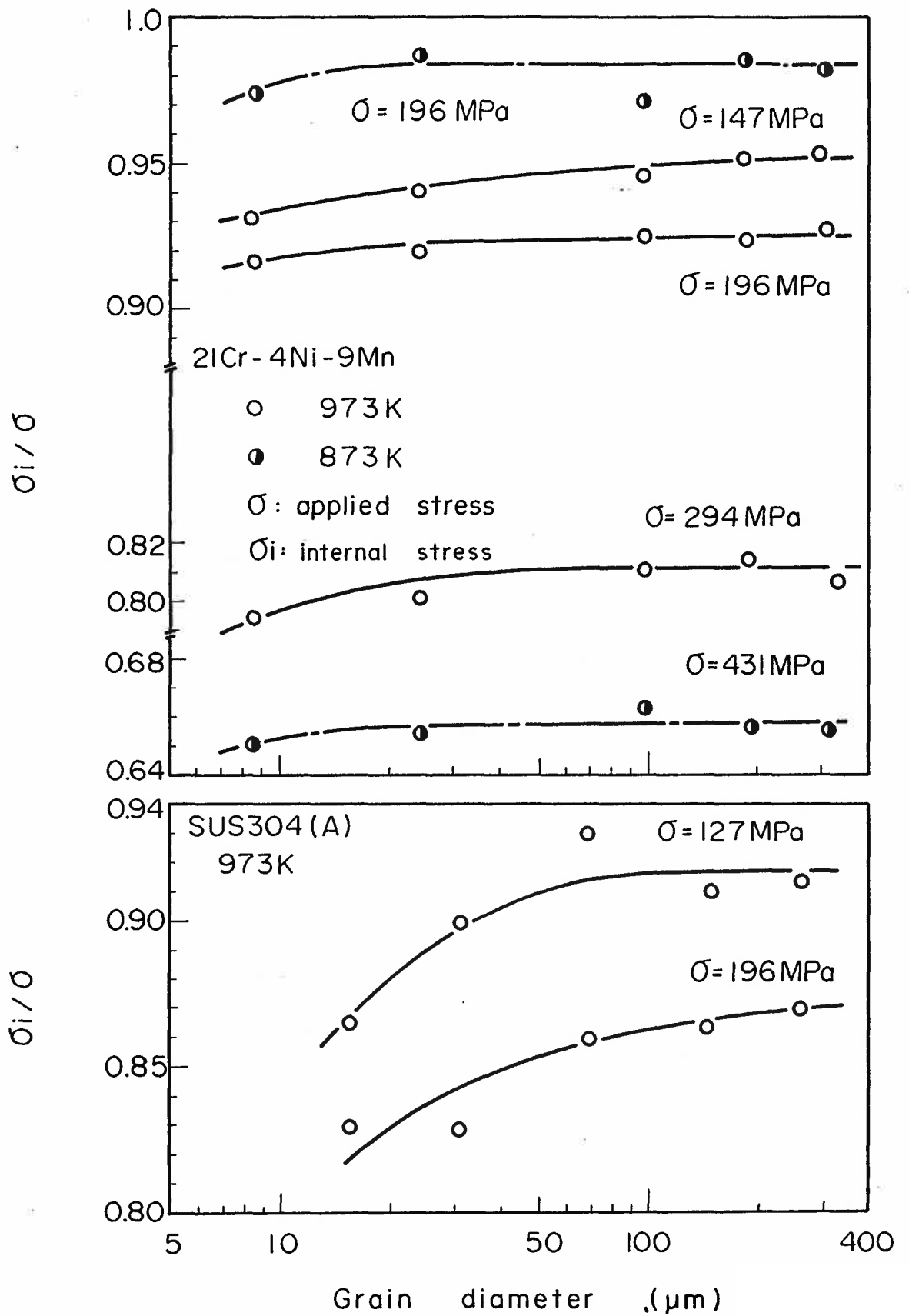


図2-11 21Cr-4Ni-9Mn鋼と SUS304 鋼の、負荷応力に対する内部応力の比 σ_i / σ と結晶粒径の関係

結晶粒径が約 $65\mu\text{m}$ までは σ_i/σ の値は結晶粒径の増加とともに増すが、それ以上の結晶粒径のところではほぼ一定になる。低負荷応力の方が σ_i/σ の値が大きくなる点は 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の場合と同じである。

以上のことから、21Cr-4Ni-9Mn 鋼では、定常クリープ中の内部応力は図2-1 と図2-2 に示した結晶粒内と結晶粒界の析出物、とくに粒内析出物の析出量や分散度と密接な関係があると考えられる。すなわち、温度と負荷応力が一定のとき、粒内析出物の析出量や分散度がほぼ同じならば、内部応力は結晶粒径によらず一定値になると考えられる。これに対して、SUS304 鋼では約 $65\mu\text{m}$ 以下の細粒の試料では σ_i/σ の値が小さくなる。これは、結晶粒径が小さくなるほど、結晶粒内の転位組織は結晶粒界での回復の影響を受けて、回復が促進されるためと考えられる。これに関しては後でさらに考察する。

図2-12に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と SUS304 鋼におけるクリープの活性化エネルギーを示した。クリープの活性化エネルギーは結晶粒径によらず、21Cr-4Ni-9Mn 鋼では約 295 kJ/mol 、SUS304 鋼では約 302 kJ/mol の一定値であった。この値はオーステナイト鋼の自己拡散の活性化エネルギー値 270 kJ/mol [23] にほぼ等しい。したがって、このクリープの活性化エネルギーの大きさから考えて、両鋼における σ_i/σ の値が 1 に近い低応力条件下では、転位の刃状部分の上昇運動と消滅がクリープを律速していると思われる。しかし、高応力になると、 σ_i/σ の値は 1 よりもかなり小さくなり、有効応力の存在が無視できなくなる。すなわち、高応力ではクリープへの転位の粘性的な運動の影響も考えられる。

2-4-3 定常クリープ速度の結晶粒径依存性の原因について

図2-13に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼における定常クリープ速度と有効応力の関係を示した。有効応力 σ_e は負荷応力 σ から内部応力 σ_i を差し引いた値である。定常クリープ速度は結晶粒径によらず有効応力の $2/3$ 乗に比例し、図中の SUS304 鋼の定常クリープ速度の有効応力依存性とほぼ同じである。図2-14に、有効応力 $\sigma_e = 20\text{MPa}$ 一定のときの両鋼の定常クリープ速度の結晶粒径依存性を示した。21Cr-4Ni-9Mn 鋼においては、約 $100\mu\text{m}$ 以下の細粒側では、定常クリープ速度 ($\dot{\epsilon}_s$) は結晶粒径 (D) のほぼ -1.4 乗

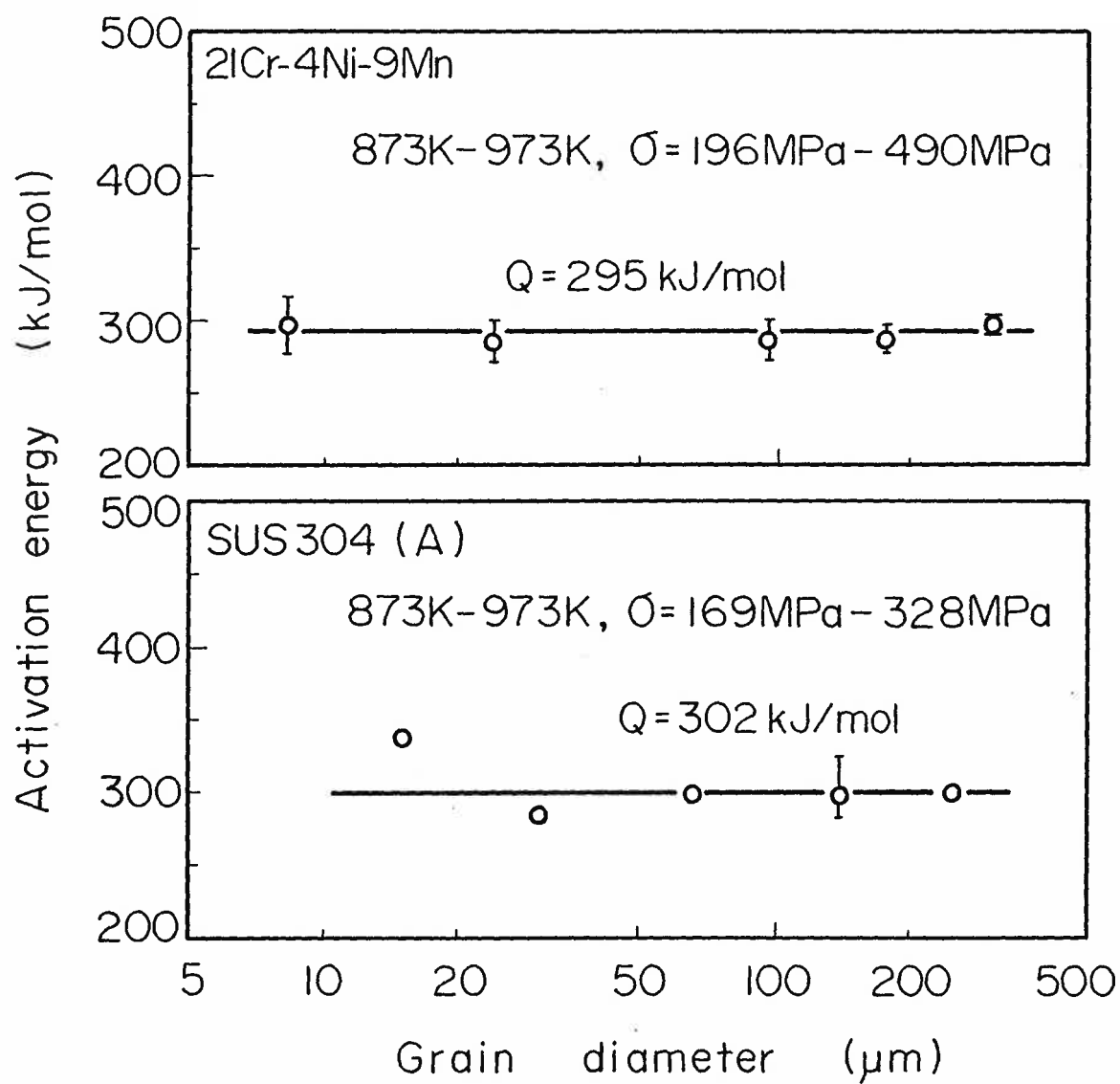


図2-12 21Cr-4Ni-9Mn鋼とSUS304鋼におけるクリープの活性化エネルギーの結晶粒径依存性

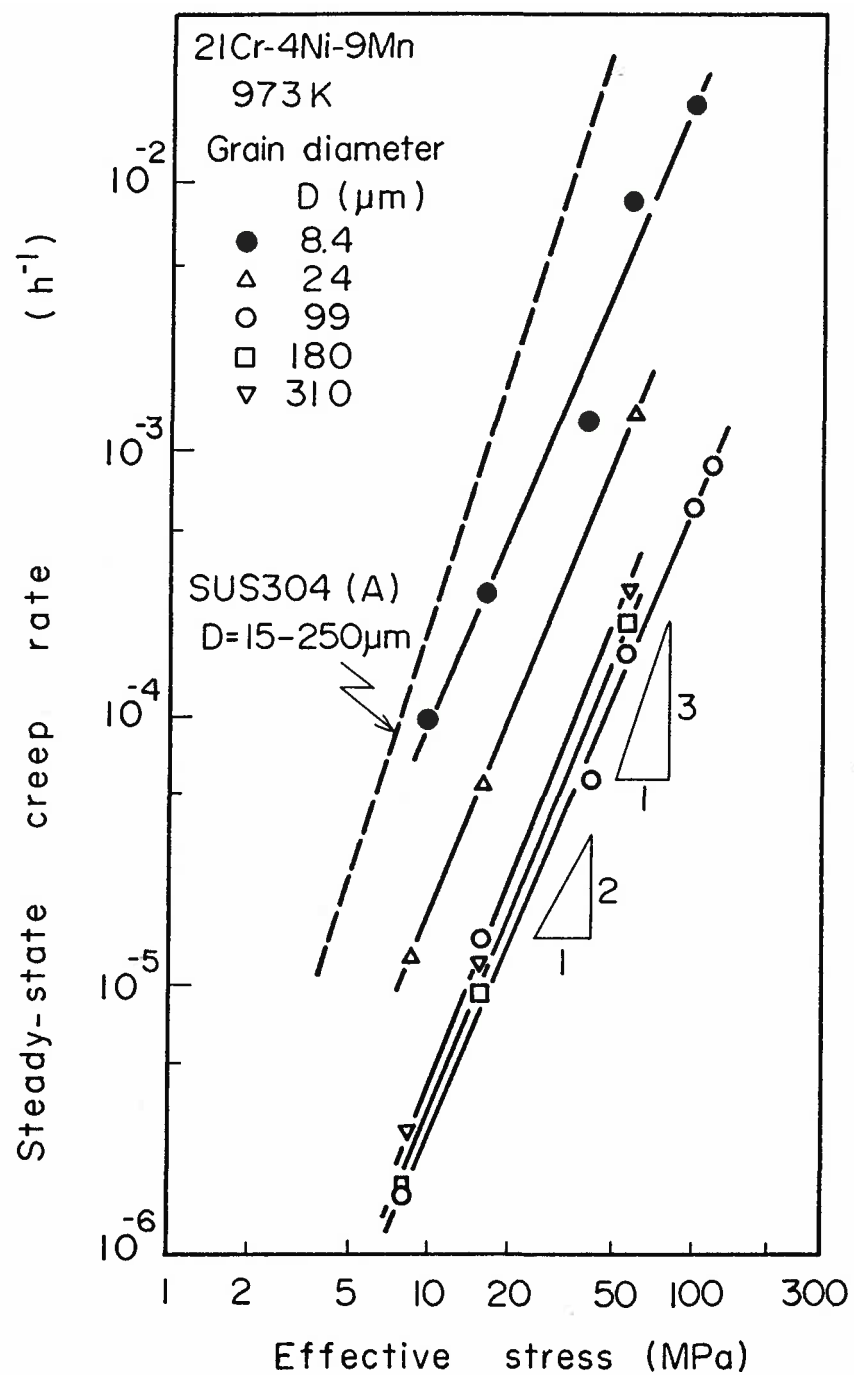


図2-13 21Cr-4Ni-9Mn鋼における定常クリープ速度と有効応力の関係

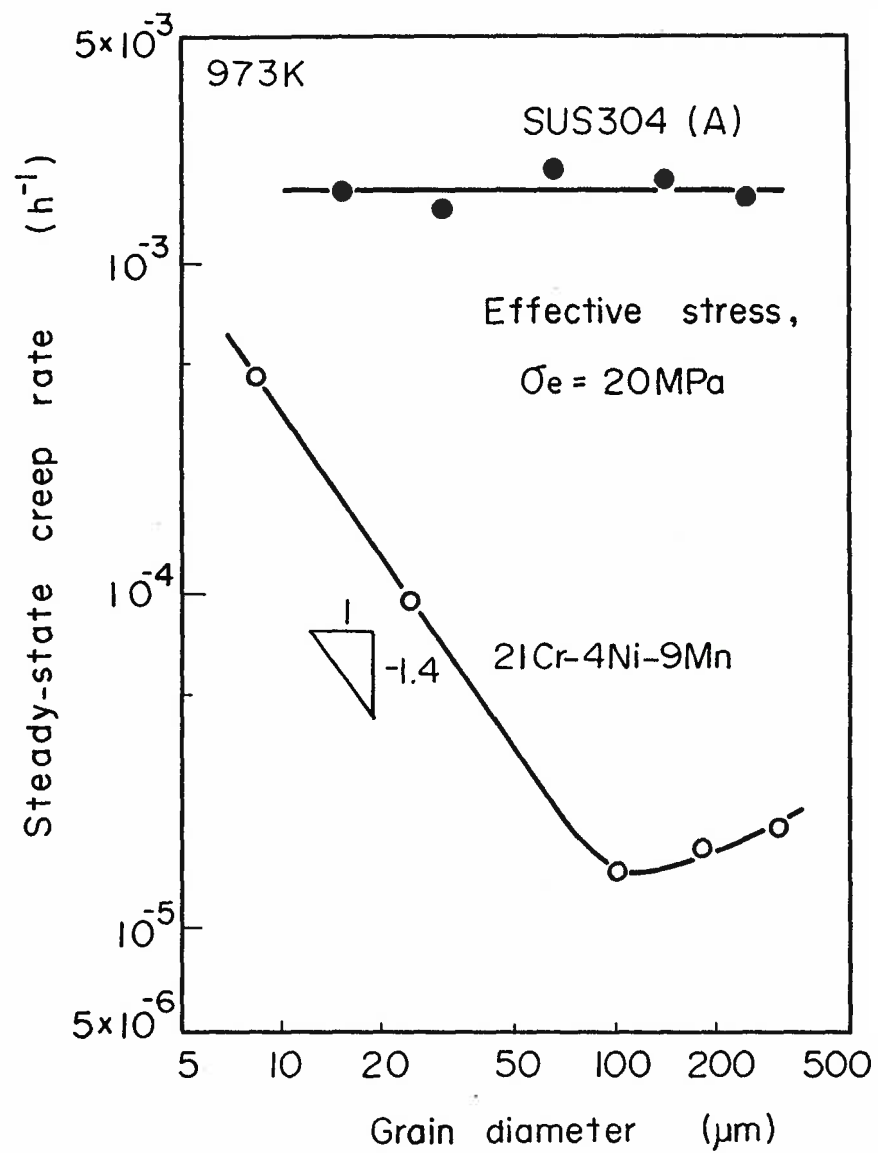


図2-14 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と SUS304 鋼における、有効応力一定のときの定常クリープ速度の結晶粒径依存性

に比例した。これは結晶粒界での転位発生モデル [1] から導き出される $\dot{\epsilon}_s \propto D^{-1}$ の結晶粒径依存性に近い。また、873K と 973K では、21Cr-4Ni-9Mn 鋼の細粒側での定常クリープ速度の結晶粒径依存性は、負荷応力や温度によってほとんど変化しない。この鋼では、転位の運動の障害となる析出物の寸法や分布が結晶粒径によってあまり変わらない。そのため、クリープ中に析出物の周囲に形成される転位組織に基づく内部応力場も、析出物間隔程度の周期で存在し、同一温度、同一応力下では結晶粒径によらずほぼ同じ程度の大きさであると考えられる。

これに対して、クリープ中に結晶粒内にセル組織を形成し、セル寸法やセルを構成する転位数が結晶粒径によって異なる場合、この転位組織の違いがクリープ変形へ大きな影響をおよぼすと考えられる [2,5]。たとえば、結晶粒径が小さくなると結晶粒径とセル寸法の大きさの比が減少するため、結晶粒内の転位組織に対する結晶粒界での回復の影響が相対的に大きくなり [2]、クリープ変形が著しくなることが考えられる。本研究で用いた SUS304 鋼では、結晶粒径が $15\mu\text{m} - 65\mu\text{m}$ の範囲では、結晶粒径の増加とともに定常クリープ中のセル寸法はわずかに小さくなり、セル壁を構成する転位の密度も少し高くなって、セル組織がしだいに明瞭になる傾向がみられた。したがって、このような結晶粒径の増加に伴う転位組織の変化によって、内部応力が増加したと考えられる。しかし、図2-14に示したように、定常クリープ速度を一定の有効応力で整理すると、ほとんど結晶粒径依存性がなくなる。このことから、SUS304 鋼における定常クリープ速度の結晶粒径依存性は、結晶粒径が約 $65\mu\text{m}$ 以下ではクリープ中の粒内の転位組織が結晶粒界での回復の影響を受けるため、内部応力に差が生じることがおもな原因と考えられる。

21Cr-4Ni-9Mn 鋼の 973K のクリープにおいては、約 $100\mu\text{m}$ 以上の粗粒になると有効応力一定で比較しても、結晶粒径の増加とともに定常クリープ速度は増す傾向にある。このことは本研究で測定された内部応力の結晶粒径依存性から説明することはできない。これは、クリープ中に結晶粒界およびその付近での析出物の凝集、粗大化などが起こることと関係している。一例として、写真2-2 に $310\mu\text{m}$ の結晶粒径をもつ 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の結晶粒界とその近傍の組織を示した。写真 2-2(a) のように、粒界三重点近傍には析

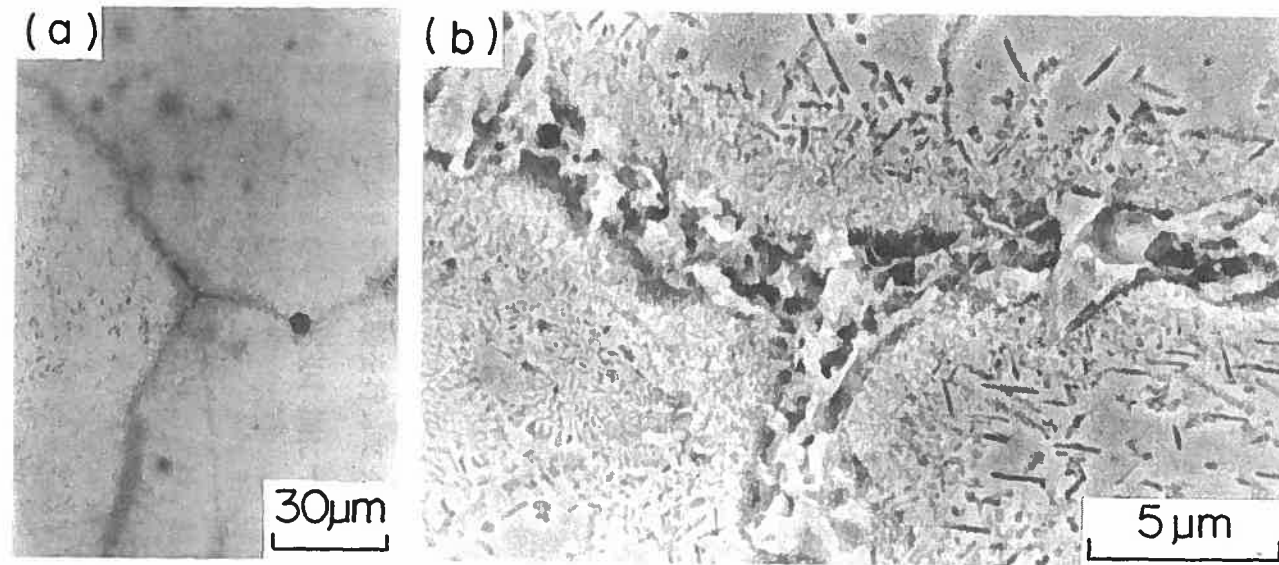


写真2-2 結晶粒径 310 μm の 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の粒界三重点近傍における微細組織
(973K 、94MPa で 9h クリープ変形後)

出物が凝集し、結晶粒界には粗大化した析出物がみられる。写真 2-2(b) の粒界三重点近傍の走査電顕写真からは、粒界三重点での析出物の粗大化とともに、結晶粒界に ledge や屈曲が生成していることがわかる。このような組織変化は 973K でクリープ試験した細粒の試料や、873K でクリープさせた全試料では認められなかった。また、結晶粒径が大きいほど粒界三重点付近での応力集中は大きくなるため [24]、上述の結晶粒界の ledge などでの転位発生が著しくなって、この部分でのクリープ変形は促進されと考えられる [5]。

SUS304 鋼の 973K でのクリープにおいては、21Cr-4Ni-9Mn 鋼の場合とは異なり、約 $65\mu\text{m}$ 以上の粗粒側では定常クリープ速度は結晶粒径依存性を示さなかった。これは、約 $65\mu\text{m}$ 以上の結晶粒径をもつ試料ではクリープ中に形成される転位組織が結晶粒径に依存せず、ほぼ同じになるためと考えられる。また、SUS304 鋼のクリープ試験後の各試料の光顕および透過電顕観察においても、粒界移動や再結晶はまったく認められなかった。

2-5 小括

M_{23}C_6 型炭化物を多量に含むオーステナイト系 21Cr-4Ni-9Mn 排気弁用鋼を供試材とし、873K と 973K でクリープ試験を行ってクリープ特性の結晶粒径依存性を調べた。また、析出物をほとんど含まない SUS304 鋼についても同様の試験を行い、比較検討した。おもな結果を以下に要約する。

(1) 21Cr-4Ni-9Mn 鋼のクリープ破断寿命は、結晶粒径の増加とともに長くなった。一方、SUS304 鋼においては、逆にクリープ破断寿命は結晶粒径の増加とともに短くなった。これは、両鋼とも結晶粒径の減少に伴って破断延性は増すものの、21Cr-4Ni-9Mn 鋼では定常クリープ速度が著しく増加したのに対して、SUS304 鋼における定常クリープ速度はほとんど結晶粒径によって変化しないことと関係していた。

(2) 21Cr-4Ni-9Mn 鋼では、温度や負荷応力が同じならば、定常クリープ中の内部応力

は粒内析出物の寸法と分布によって決まり、結晶粒径にはほとんど依存しなかった。一方、SUS304 鋼における内部応力は、結晶粒径が約 65 μm までは、結晶粒径の増加とともに増加したが、それ以上では一定になった。

(3) 有効応力が一定の場合、約 100 μm 以下の結晶粒径をもつ 21Cr-4Ni-9Mn 鋼においては、973K での定常クリープ速度は結晶粒径の -1.4 乗に比例した。この値は、結晶粒界での転位発生が、定常クリープ速度に支配的な影響を与えるというモデルの結晶粒径依存性に近い。また、973Kでは、約 100 μm 以上の結晶粒径をもつ 21Cr-4Ni-9Mn 鋼においては、定常クリープ速度は結晶粒径とともに増加した。これは、結晶粒径の大きな試料になると粒界三重点およびその近傍で析出物の粗大化が生じ、それに伴って ledge や屈曲が生じるなどの粒界性状の変化が起こり、粒界近傍でのクリープが加速されることによると考えられる。

(4) SUS304 鋼では、一定の有効応力では定常クリープ速度の結晶粒径依存性がなくなった。このことから、SUS304 鋼において定常クリープ速度が結晶粒径依存性を示すおもな原因は、結晶粒内の転位組織が結晶粒径の減少に伴って結晶粒界での回復の影響を大きく受けるようになり、内部応力が低下するためと考えられる。

(5) クリープの活性化エネルギーは結晶粒径によらず、21Cr-4Ni-9Mn鋼で約 295kJ/mol、SUS304 鋼で約 302kJ/molであった。この値はオーステナイト鋼の自己拡散の活性化エネルギー 270 kJ/mol に近い。

参考文献

- (1) F.Garofalo, W.F.Domis and F.von Gemmingen: Trans. Metall. Sci. AIME, 230 (1964), p.1460
- (2) G.R.Barrett, J.L.Lyton and O.D.Sherby: Trans. Metall. Sci. AIME, 293 (1967), p.170

- (3) T.G.Langdon: *Phill. Mag.*, 22(1970), p.689
- (4) 田中学, 藤田春彦, 藤代大: *鉄と鋼*, 69(1983), p.1320
- (5) 近藤義宏, 松尾孝, 篠田隆之, 田中良平: *鉄と鋼*, 65(1979), p.896
- (6) 近藤義宏, 松尾孝, 篠田隆之, 田中良平: *鉄と鋼*, 67(1981), p.987
- (7) Y.Takahashi and T.Yamane: *J. Mater. Sci.*, 16(1981), p.397
- (8) 田村学, 亀村圭樹, 渡辺力蔵, 千葉芳孝: *鉄と鋼*, 65(1979), p.1022
- (9) 仲西恒雄, 松本紀昭, 河田修: *日本金属学会誌*, 41(1977), p.263
- (10) 藤岡順三, 村瀬宏一, 松田昭三: *日本金属学会誌*, 43(1979), p.1078
- (11) T.Hasegawa, S.Karashima and Y.Ikeuchi: *Acta Metall.*, 21(1973), p.887
- (12) L.J.Cuddy: *Metal Trans.*, 1(1970), p.395
- (13) S.Purushothaman and J.K.Tien: *Acta Metall.*, 26(1978), p.519
- (14) C.Carry and J.L.Strudel: *Acta Metall.*, 26(1978), p.859
- (15) H.Burt, J.P.Dennison and B.Wilshire: *Met. Sci.*, 13(1979), p.295
- (16) W.J.Evans and G.F.Harrison: *Met. Sci.*, 13(1979), p.641
- (17) 田中学, 藤田春彦: *日本金属学会誌*, 45(1981), p.1187
- (18) S.Nategh, P.J.Goodhew and Z.G.Szkopiak: *Acta Metall.*, 29(1981), p.1299
- (19) 藤田春彦, 田中学, 飯塚博: *材料*, 30(1981), p.340
- (20) 田中学, 飯塚博, 葦原文夫: *第93回日本金属学会全国大会講演概要集*, (1983), p.423
- (21) 当摩建, 吉永日出男, 諸住正太郎: *日本金属学会誌*, 38(1974), p.170
- (22) 小林光征, 田中学, 宮川大海, 嵯峨卓郎, 藤代大: *鉄と鋼*, 58(1972), p.1984
- (23) 幸田成康: *金属物理学序論*, (1966), p.237 [コロナ社]
- (24) A.N.Stroh: *Proc. Roy. Soc.*, A223(1954), p.404

第3章 耐熱合金の析出挙動と結晶粒界の強じん化によるクリープ強度の改善

3-1 緒言

結晶粒界の性状を制御して高温強度を改善する試みは、高性能結晶制御合金の開発・研究の一分野として現在注目されている[1]。なかでも、粒界反応型析出（以後粒界反応と略記する）を利用して粒界形状をジグザグ化する方法[2]は、比較的簡単な熱処理によって組織制御が行えるため実用的である[3-5]。しかし、この粒界反応を利用した組織制御はオーステナイト耐熱鋼ではすでに試みられている[3-6]が、他の合金系ではあまり試みられていない。

コバルト基超合金 HS-21 はタービンノズル[7]や熱間加工用金型に使用されているほか、近年では生体インプラント用金属材料としても広く使用されており[8]、とくに耐酸化性や耐熱疲労特性にすぐれている。そして、これまでに鑄造材についてはクリープ破断強度におよぼす溶体化温度[9]や時効処理[10-12]の影響が、また鍛造材については溶体化後の時効処理に伴う析出物の発生状況[13]や、fcc から hcp への同素変態[14,15]などが調べられている。HS-21は炭素含有量が比較的高いため、熱処理によっては多量の粒界反応が発生することがある[10,12,16,17]。しかし、この合金の粒界反応の発生に関しては不明な点が多く、また、粒界反応と室温および高温での機械的性質との関連[10,16,17]についても十分に検討されていない。

そこで本研究では、まず、HS-21 の鍛造材を供試材として、粒界反応の発生による粒界形状のジグザグ化と粒内析出の析出挙動を調べ、同様に粒界反応が生じるオーステナイト系 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の場合と比較した。そのうち、この HS-21 と 21Cr-4Ni-9Mn 鋼を用いてクリープ破断試験を行い、粒界形状のジグザグ化による結晶粒界の強じん化と粒内析出による結晶粒内の強化が、クリープ破断特性をどの程度改善するかについて調べた。

3-2 供試材および実験方法

供試材には、真空中で 30kg の鋳塊に溶製したのち 1423K で $\phi 16\text{mm}$ に鍛伸したコバルト基超合金 HS-21 と、 $\phi 16\text{mm}$ に鍛伸した市販のオーステナイト系 21Cr-4Ni-9Mn 排気弁用鋼を用いた。表3-1 にそれらの化学成分を示した。

はじめに、HS-21 鍛造材に発生する粒界反応について調べた。まず、試料を溶体化加熱後炉冷して、発生する粒界反応量（粒界反応ノジュールの面積率）とそれに伴って生じる粒界形状のジグザグ化について調べた。さらに、溶体化加熱後に水冷、空冷したのち時効処理を施したり、溶体化温度から時効温度に直接焼入れして時効を行い、粒界反応（図中では GBR と略記する）と粒内析出の発生への影響を調べた。炉冷と直接焼入れの実験には $\phi 16\text{mm}$ の素材を約 4mm の長さに切断した試料を用いた。また、 $\phi 16\text{mm}$ の素材を長さ約 80mm に切断して溶体化後水冷あるいは空冷したのち、約 4mm の長さに切断した試料について時効処理を施した。炉冷による冷却速度は 1300K から 1000K の間で約 3K/min、空冷では約 3K/s であった。水冷は 273K の氷水中でかくはんしながら行った。粒界反応量は粒界反応ノジュールの面積率を線分析法 [3] によって求めた。粒内析出の発生状況は、粒内硬さを荷重 5N のマイクロビッカース硬度計で測定して、推定した。微細組織の観察は光顕と透過電顕を用いて行った。透過電顕観察用の薄膜試料は 0.2mm 程度の薄片に切断後、15% 過塩素酸 + 85% エチルアルコール溶液を用いて電解研磨によって作製した。

つぎに、クリープ破断試験を、単一レバー式クリープ破断試験機を用いて、HS-21 については 1088K で、21Cr-4Ni-9Mn 鋼については 973K で、大気中において行った。表 3-2 に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と HS-21 に施した熱処理を示した。21Cr-4Ni-9Mn 鋼では粒界反応の発生に関してすでに多くの研究が行われている [6]。その結果をもとにして粒界反応量を広い範囲で変え、一方、組織全体の硬さは約 320Hv でほぼ一定になるように組織制御を行った。HS-21 には、表3-2 に示す三種類の熱処理を施した。また、HS-21 では、荷重を負荷する前に試験片を試験温度 (1088K) に 3h 保持した。そのため、二段冷却材 (group 1) には粒界反応と粒内析出、水冷材 (group 2) には粒内析出のみ、また炉冷材 (group 3) には粒界反応のみが生じていると思われる。結晶粒内の硬さは水冷材

表3-1 HS-21と 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の化学成分 (wt%)

Material	C	N	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	S	B	P	Fe	Co
HS-21	0.27	—	26.71	2.37	0.64	5.42	0.59	0.007	0.003	<0.005	0.09	bal.
21Cr-4Ni-9Mn	0.51	0.40	20.22	3.90	8.75	—	0.15	0.008	—	0.019	bal.	—

表3-2 HS-21 と 21Cr-4Ni-9Mn 鋼のクリープ破断試験片の熱処理

Material	Heat treatment		Amount of GBR (%)	Hardness, Hv(load 196N)
HS-21	group 1	1503K \times 1h $\xrightarrow{\text{F.C.}}$ 1523K \rightarrow W.Q.	3 7	407* 409*
	group 2	1503K \times 1h \rightarrow W.Q.	0 0	436* 429*
	group 3	1503K \times 1h \rightarrow F. C.	13	340*
21Cr-4Ni-9Mn		1473K \times 1h \rightarrow W.Q.+ 973K \times 30h \rightarrow A.C.+ 1273K \times 30h \rightarrow A.C.	0	320
		1473K \times 1h $\xrightarrow{\text{F.C.}}$ 1303K \rightarrow W.Q.+ 1023K \times 30h \rightarrow 1273K \times 3h \rightarrow A.C.	8	320
		1473K \times 1h \rightarrow W.Q.+1173K \times 100h \rightarrow A.C.	36	313
		1473K \times 1h \rightarrow W.Q.+1173K \times 8h \rightarrow A.C.	62	323
		1473K \times 1h $\xrightarrow{\text{D.Q.}}$ 1173K \times 30h \rightarrow A.C.	99	317

F.C.: furnace cooled, W.Q.: water quenched, A.C.: air cooled, D.Q.: directly quenched

*: these values are measured after aging for 3h at 1088K

で最も高く、炉冷材で最も低くなった。これらの試料から、標点間距離 30mm、平行部直径 6mm のつば付きの丸棒クリープ試験片を作製した。また、破断後の試料を光顕と走査電顕を用いて観察した。

3-3 実験結果と考察

3-3-1 粒界反応の発生と粒界形状のジグザグ化

図3-1 に、HS-21 を完全溶体化となる 1523K で 1 h の溶体化加熱ののち、所定の温度まで炉冷したときに発生した粒界反応量を示した。粒界反応は 1373K 近傍で発生しはじめ、1173K でほぼ終了する。写真3-1 に各温度まで炉冷して得られた組織を示した。写真 3-1(a) は 1323K まで炉冷したときの組織で、粒界反応は約 7% 生じ、それに伴って粒界形状は著しくジグザグ化する。写真 3-1(b) の 1223K まで炉冷したときの組織では、粒界反応は約 19% 生じ、粒界形状は同様に著しくジグザグ化する。写真 3-1(c) の 973K まで炉冷した組織は、室温まで炉冷して得られた組織(写真 3-1(d))とほぼ同じで粒界反応は約 28% 生じた。また、この試料では粒界形状はジグザグ化するが、粒界反応ノジュールも大きく成長する。

つぎに、図3-2 に各溶体化温度から室温まで炉冷したときに発生した粒界反応量を示した。溶体化温度が 1473K 以下では残留析出物が多く、粒界反応はほとんど発生しない。粒界反応は 1523K から 1548K の溶体化温度で著しく生じるが、1548K 以上では減少する。また、図3-2 には参考のために炭素含有量が 0.20% の HS-21 の実験結果も示した。この試料の粒界反応量は炭素含有量が 0.27% の HS-21 のその約 1/2 であった。写真3-2 に各溶体化温度から炉冷したときに得られた組織を示した。写真 3-2(a) の1473K で溶体化処理した試料では、粒界形状は多少ジグザグ化するが、粒界反応はほとんど発生しない。写真 3-2(b) の 1503K で溶体化処理した試料では、残留析出物は少なくなり、粒界反応は約 13% 生じた。また、それに伴って粒界形状は著しくジグザグ化する。写真 3-2(c) の 1523K で溶体化処理した試料では、多量の約 28% の粒界反応が発生したが、溶体化温度が 1548K 以上では共晶組織が生じる。たとえば、写真 3-2(d) の

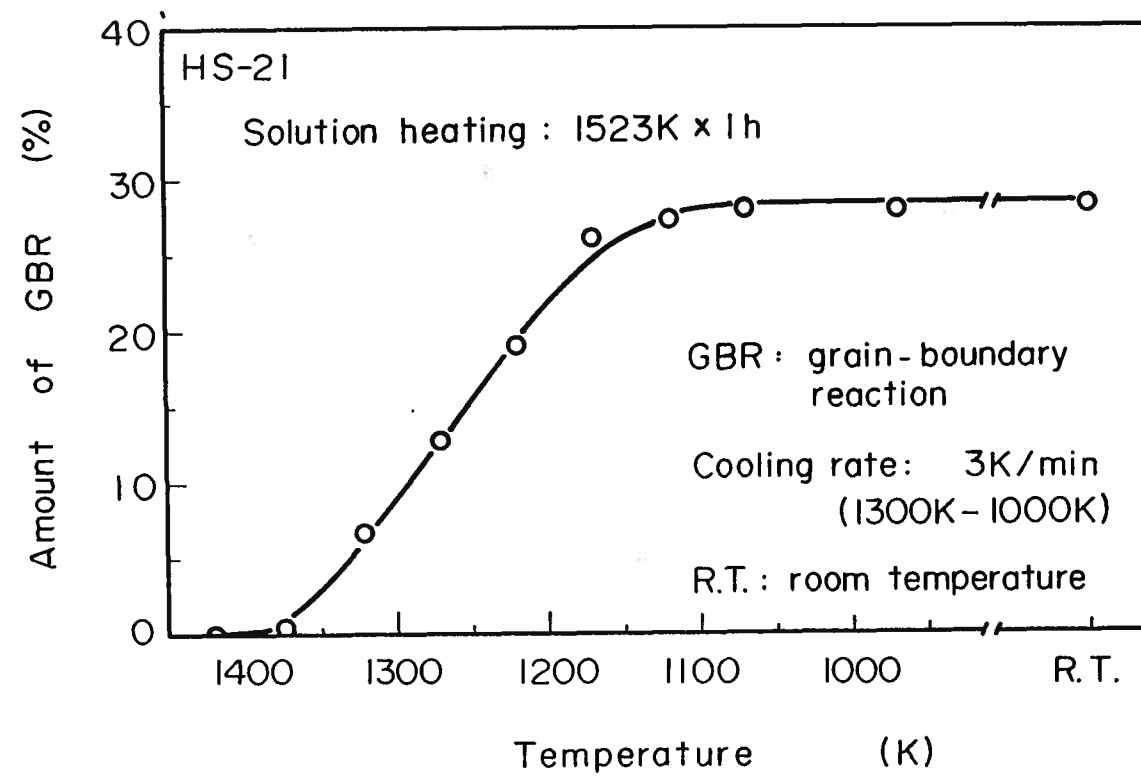


図3-1 溶体化加熱後の炉冷中に発生する粒界反応量

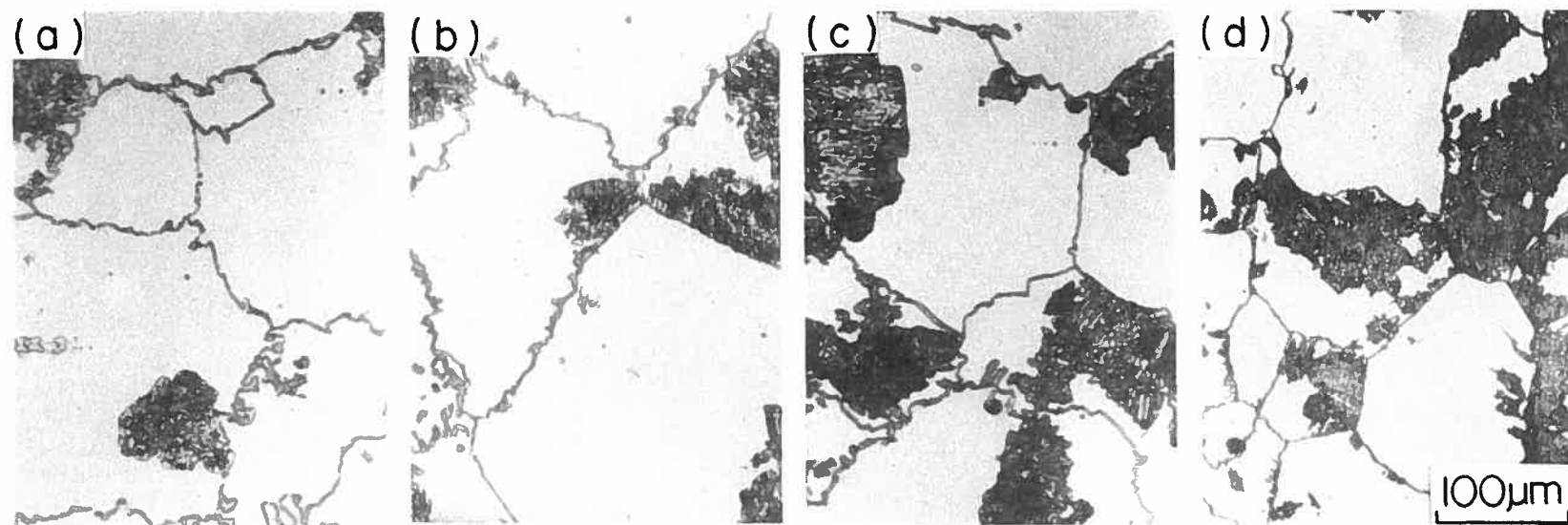


写真3-1 1523K で 1 hの溶体化加熱後各温度まで炉冷したときの微細組織
(a) 1323K (b) 1223K (c) 973K (d) 室温

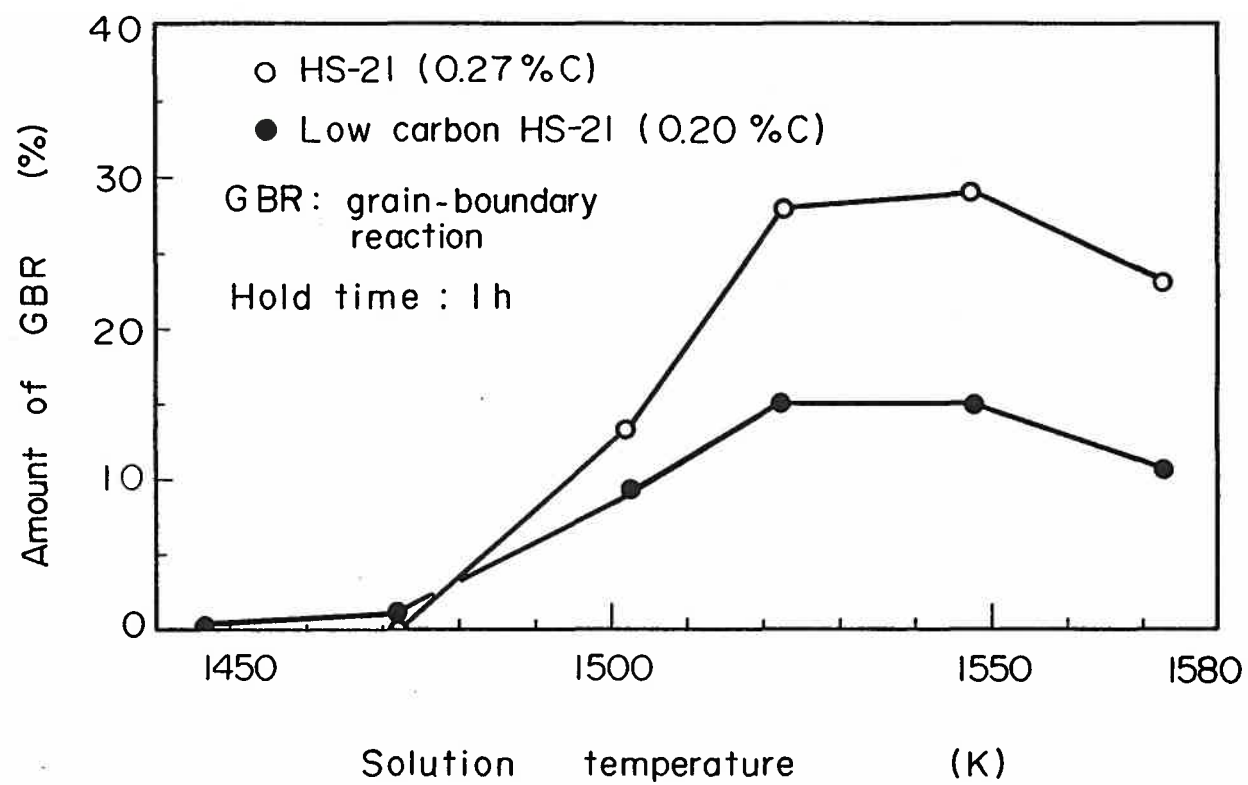


図3-2 二種類の HS-21 に発生した粒界反応量と溶体化温度の関係

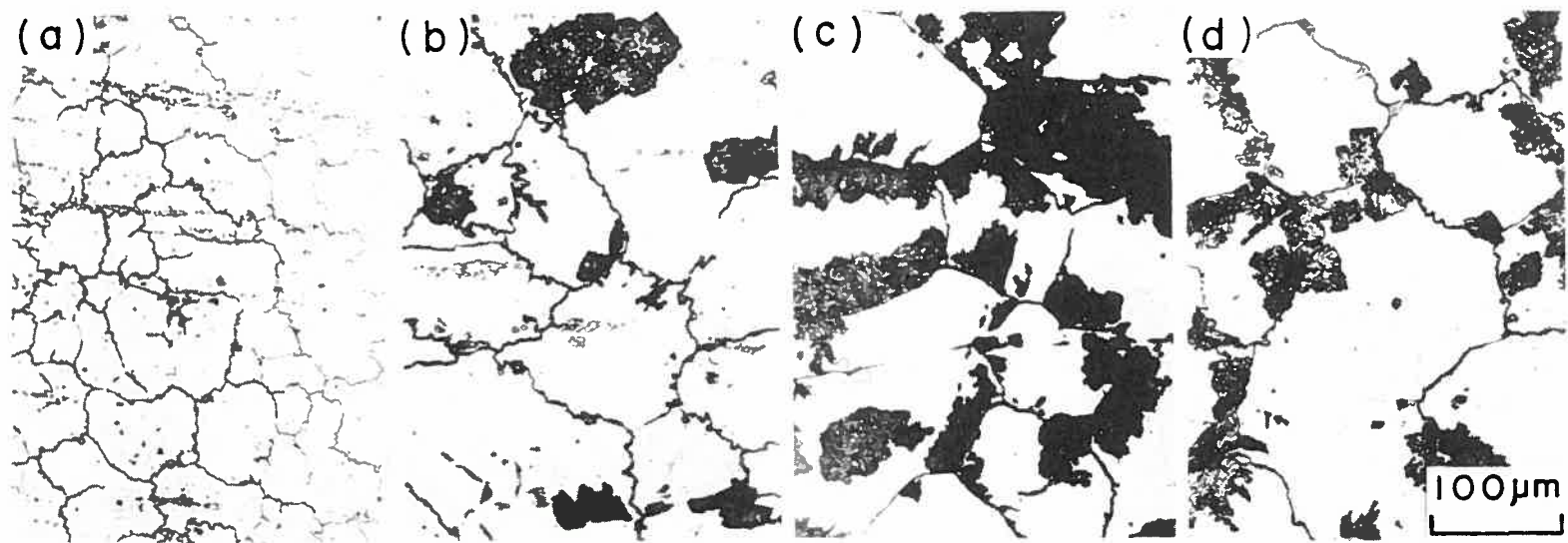


写真3-2 各溶体化温度から炉冷したときの微細組織
(a)1473K (b)1503K (c)1523K (d)1573K

1573K で溶体化処理した試料では、共晶組織が粒界三重点などに生じ、粒界反応量はそれに伴って減少する。

以上の結果から、粒界反応を約 7% 以上生じさせると、粒界形状はかなりジグザグ化することがわかる。このことは、後述する時効処理によって粒界反応を発生させた場合も同様であった。また、オーステナイト系 21Cr-4Ni-9Mn 鋼においても粒界反応を約 8% 生じさせると、同様に粒界がかなりジグザグ化することが報告されている [3]。

炉冷による粒界反応は、図3-1 に示したように、約 1373K から 1173Kまでの温度範囲で著しく発生する。したがって、溶体化後にこの温度範囲で時効を行うことによっても粒界反応は発生すると考えられる。そこで、完全溶体化となる 1523K で 1 h の溶体化加熱後、時効温度に直接焼入れして粒界反応の発生状況を調べた。図3-3 に粒界反応の恒温変態図(TTT 曲線) を示した。粒界反応は時効温度の上昇に伴って、原子の拡散速度が速くなるため [4] 多量に生じるようになり、 1173K から 1323K の時効温度でとくに顕著に生じる。しかし、 1323K 以上になると、母相中の炭素固溶量の増加によって粒界反応量は逆に低下する。このため、反応量によっては多少差はあるが、 1223K から 1273K 付近にノーズのある、C 字形の TTT曲線が得られる。

写真3-3 に、溶体化処理後 1273K で 0.5 h の時効を施した試料の透過電顕組織を示した。析出物はすべて $M_{23}C_6$ 型炭化物であった。粒界反応ノジュールには棒状の $M_{23}C_6$ 型炭化物が析出しており、結晶粒界には粗大化した炭化物や棒状の炭化物が多くみられる。粒界反応ノジュールの母相は β -コバルト固溶体 (fcc) であり、粒界反応ノジュール内に析出した棒状の $M_{23}C_6$ 型炭化物は母相とつぎのような平行方位関係にあった。

$$\begin{matrix} (\bar{1}11) \\ M_{23}C_6 \end{matrix} // \begin{matrix} (\bar{1}11) \\ \beta-Co \end{matrix}, \begin{matrix} [0\bar{1}1] \\ M_{23}C_6 \end{matrix} // \begin{matrix} [0\bar{1}1] \\ \beta-Co \end{matrix} \quad (3-1)$$

また、粒界反応ノジュール内の母相の結晶方位 $((211)_{\beta-Co})$ は、写真下部の隣接結晶粒の方位と一致していた。すなわち、粒界反応ノジュールと隣接結晶粒は結晶学的に連続であり、粒界反応ノジュールとその前方の結晶粒 $((111)_{\beta-Co})$ とは結晶方位が異なっていた。

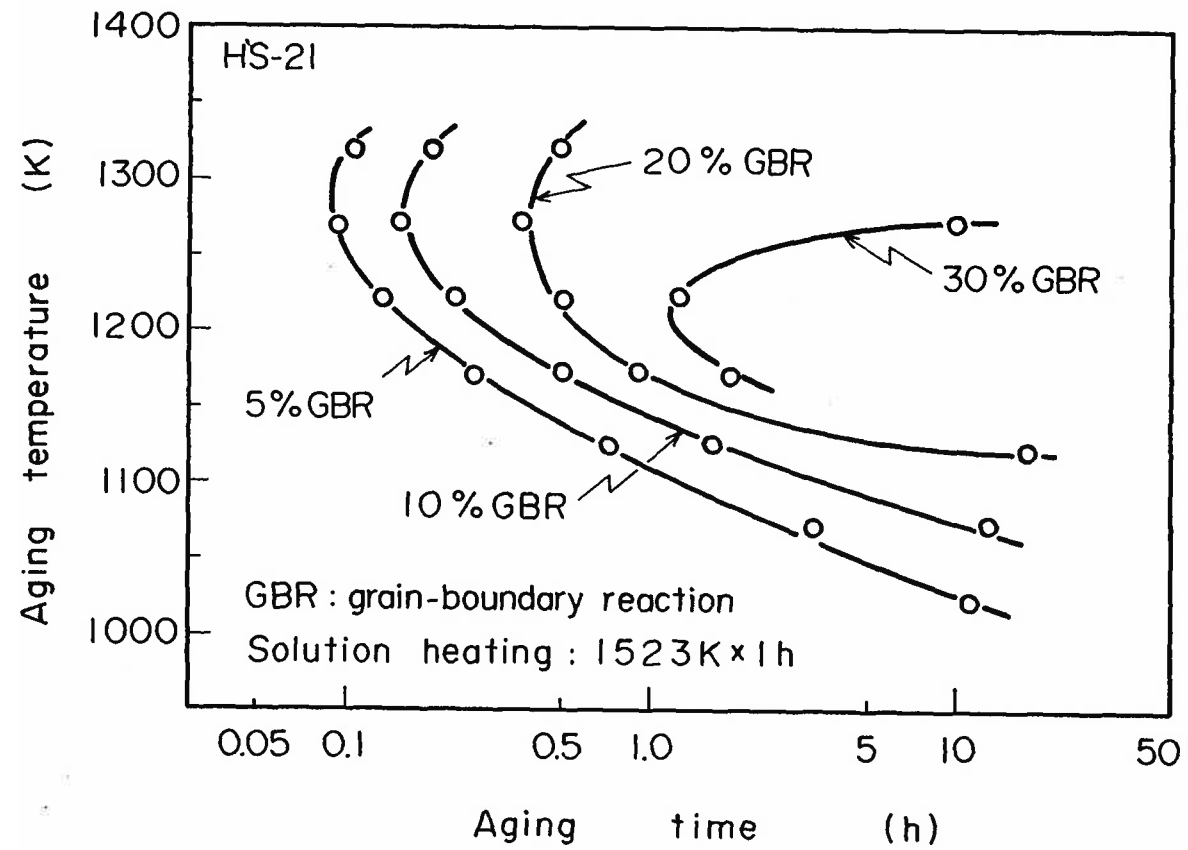


図3-3 HS-21直接焼入材の時効中に発生する粒界反応量の恒温変態図

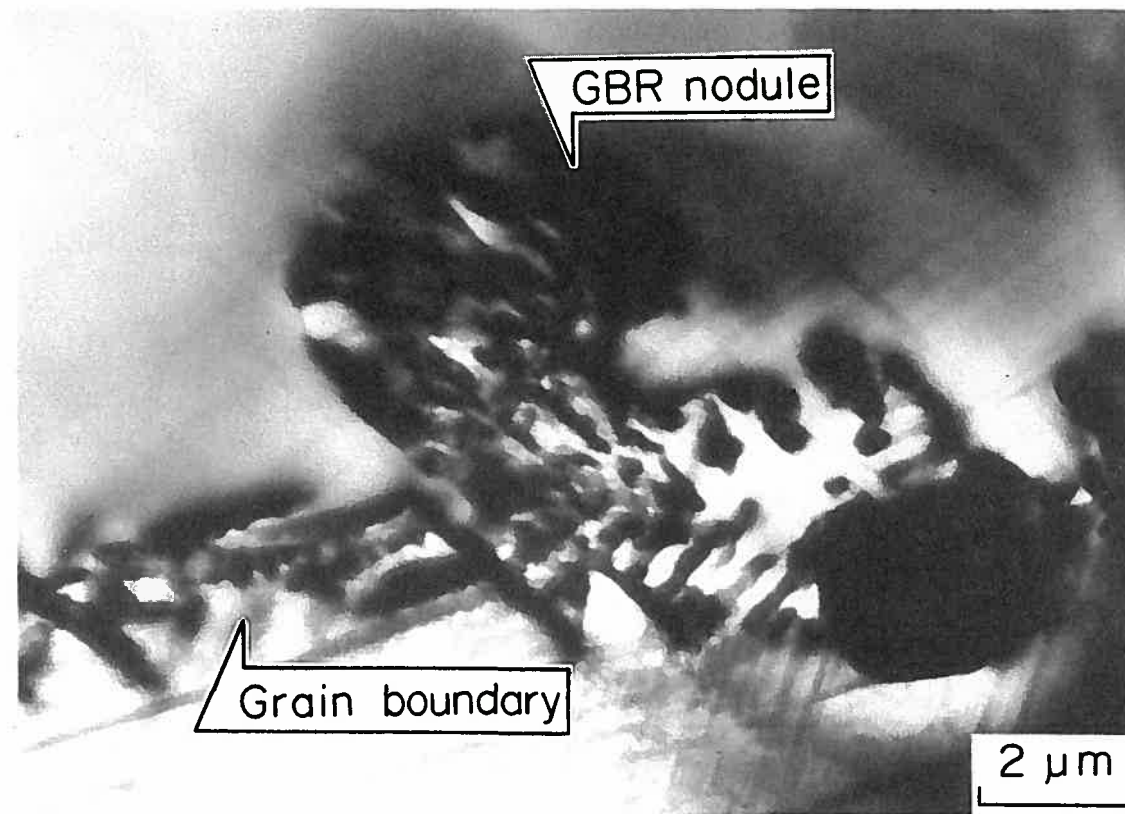


写真3-3 粒界反応ノジュール近傍の透過電顕組織
(1523K \times 1 h 直接焼入れ 1273K \times 0.5h \rightarrow A.C.)

3-3-2 時効による粒界反応と粒内析出の発生

ここでは、時効中の粒界反応の発生におよぼす、溶体化加熱後の冷却法の影響について述べる。図3-4 に溶体化加熱後水冷、空冷ののち時効を行ったおもな試料の粒界反応量を、前述した直接焼入材の実験結果とともに示した。直接焼入材では 1273K の時効で粒界反応が最も早く生じるが、図 3-4(a) にみられるように、最終的には 1173K の時効で最も多量の粒界反応が生じる。図 3-4(b) の空冷材においても、時効初期の粒界反応量は時効温度が高いほど多くなる。空冷材では粒内析出が微細に生じるため、粒界反応量は測定しにくかったが、1173K と 1273K で行った時効では最終的な粒界反応量に大きな差はない。図3-4(c) は水冷材の実験結果であるが、他の冷却材の結果と比べて、粒界反応の発生は遅く、その量もきわめて少量である。また、30 h 以上の長時間時効になると粒内析出が顕著に生じるため、粒界反応量の測定はできなかった。なお、図 3-4 (b),(c) において長時間側で粒界反応が減少したのは、反応部の $M_{23}C_6$ 型炭化物が過時効によって球状化したため、みかけの粒界反応ノジュール部の面積が減少したことによる。

図3-5 に時効によって生じた粒界反応量の最高値と時効温度の関係を示した。直接焼入材では 1173K で最高の約 40% の粒界反応が生じたが、空冷材では粒界反応が最も多量に生じる 1223K でも約 15% であった。さらに、水冷材では最高でも 1273K の約 1.0% であり、粒界反応はほとんど発生しない。このように、HS-21 では溶体化後の冷却法が粒界反応の発生に大きな影響を与える。炭素、窒素を多量に含む 21Cr-4Ni-9Mn 鋼においても [3]、水冷材で粒界反応は最も少ない。HS-21では水冷材において多量の粒内析出が生じたが、この粒内析出が粒界反応の発生に大きく影響していると思われる。

写真3-4 に一例として、1073K, 1173K および 1323K で 10 h 時効したときの光顕組織を示した。直接焼入材においては、1073K で時効した試料(写真3-4(a))には粒界反応はほとんど認められず、粒内析出が多量に生じる。写真3-4(b),(c) の1173K あるいは 1323K の時効材では粒界反応が多量に生じ、粒内析出量はわずかである。空冷材においては、粒界反応とともに粒内析出も多量に生じる。たとえば写真3-4(e) 1173K 時効材では、直接焼入材の場合と比べて粒界反応量は少なくなり、一方、粒内析出が多量に生じる。水冷材ではいずれの時効温度でも粒内析出が著しく生じ、粒界反応はほとんど認め

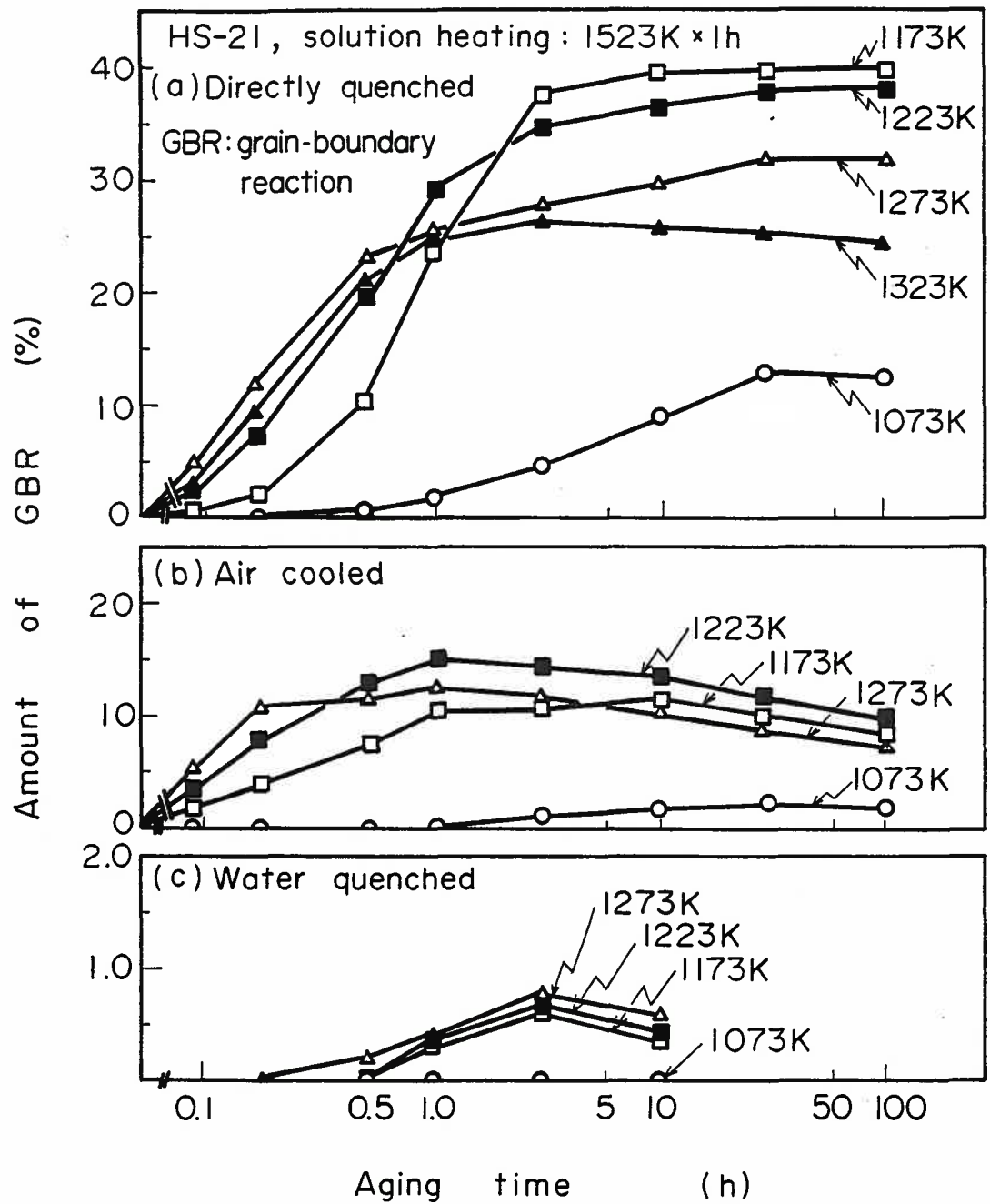


図3-4 時効中に発生する粒界反応量への溶体化加熱後の冷却法の影響

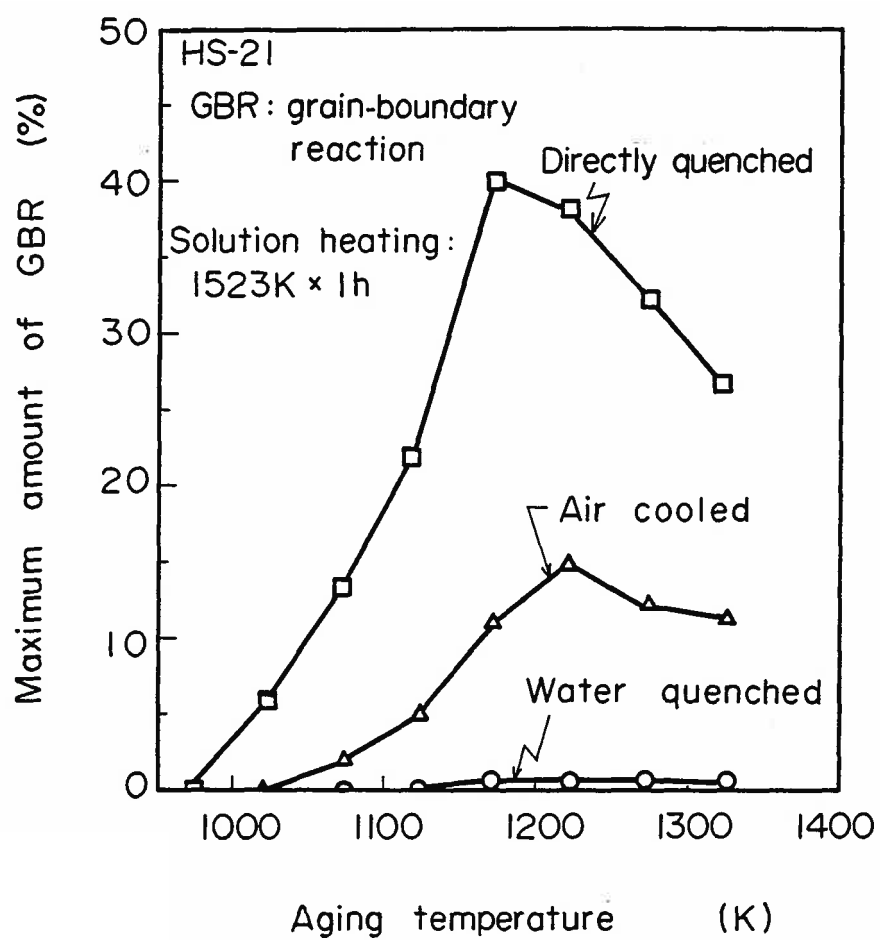


図3-5 時効によって発生した粒界反応量の最高値と時効温度の関係

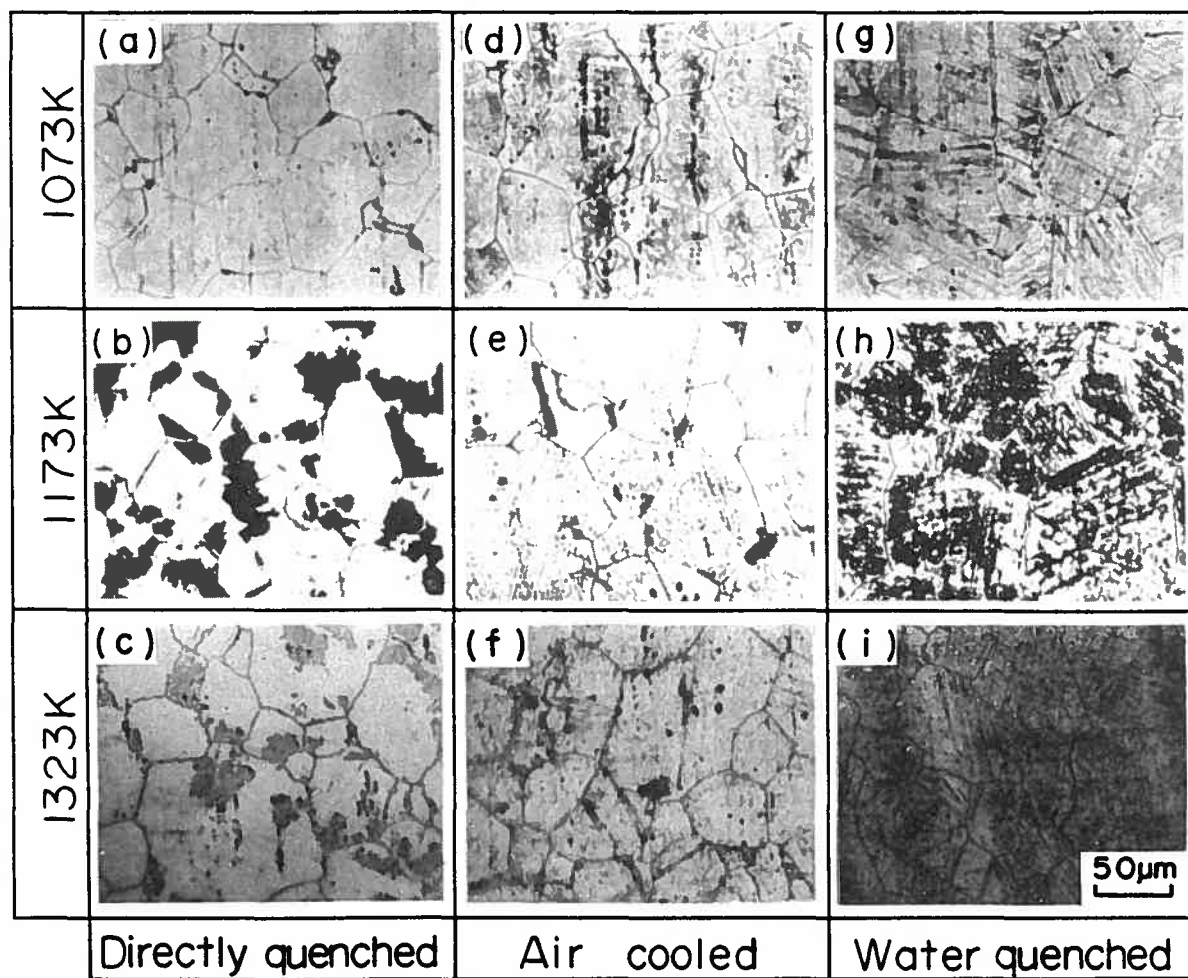


写真3-4 時効組織への溶体化加熱後の冷却法の影響（溶体化加熱は 1523K×1 h、
各温度での保持時間は 10 h）

られない。

図3-6 に、粒内析出の発生に伴う粒内硬さの変化におよぼす、溶体化加熱後の冷却法の影響を示した。水冷材の粒内硬さは、1023K では、時効時間が 1 h を過ぎた付近から急激に増加する。1173K の時効では、粒内硬さは短時間で急激に上昇するが、長時間時効すると過時効が生じて低下する傾向がある。時効温度が 1273K になると粒内析出量が総体的に減少するため、粒内硬さはあまり上昇しない。空冷材においては、粒内硬さの上昇は水冷材に比べてやや遅れて生じるが、最終的な硬さは水冷材と同程度になる。一方、直接焼入材では、粒内硬さは同一温度で時効した水冷材と空冷材に比べて低く、とくに 1273K では粒内硬さは時効によってほとんど変化しない。

つぎに、時効組織を透過電顕を用いて観察し、粒内析出の発生におよぼす時効温度および溶体化加熱後の冷却法の影響について検討した。写真3-5 に時効材の透過電顕組織の一例を示した。水冷材を 1073K で 3 h 時効した組織には積層欠陥を含む拡張転位が多数観察され、粒内析出はこの積層欠陥上に優先的に生じている。また、粒内析出はすべて $M_{23}C_6$ 型炭化物で、母相の β -コバルト固溶体と平行方位関係にあった。この $M_{23}C_6$ 型炭化物が積層欠陥上に析出する機構は“鈴木効果”によって一応説明することができる [12]。これに対して、水冷材を 1273K で 0.5 h 時効した試料では、観察される積層欠陥はかなり少なく、 $M_{23}C_6$ 型炭化物は結晶粒内の転位上に析出している。また、積層欠陥上析出は観察されない。このような $M_{23}C_6$ 型炭化物の結晶粒内での析出形態の違いは、 β -コバルト相の熱力学的安定性や積層欠陥エネルギーの温度依存性に関係していると考えられる [12,16]。Taylorらは [12]、この析出形態の変化が 1198Kを境にして起こることを報告している。一方、同一時効条件の直接焼入材では、結晶粒内の転位や積層欠陥の数はきわめて少なく、粒内析出はほとんどみられない。また、空冷材の時効組織は、いずれの時効条件でも水冷材と直接焼入材の中間的な様相を呈した。溶体化処理を施したままの試料の転位密度は、水冷材で $3.8 \times 10^{12} m^{-2}$ であり、空冷材の $5.2 \times 10^{11} m^{-2}$ や炉冷材の $1.3 \times 10^{11} m^{-2}$ と比べて高かった。したがって、水冷材ではこの転位密度の高いことが、積層欠陥の生成や $M_{23}C_6$ 型炭化物の析出に有利に働くと考えられる。

前述のように、時効によって粒界反応と粒内析出の両者が生じるが、つぎに、その両者

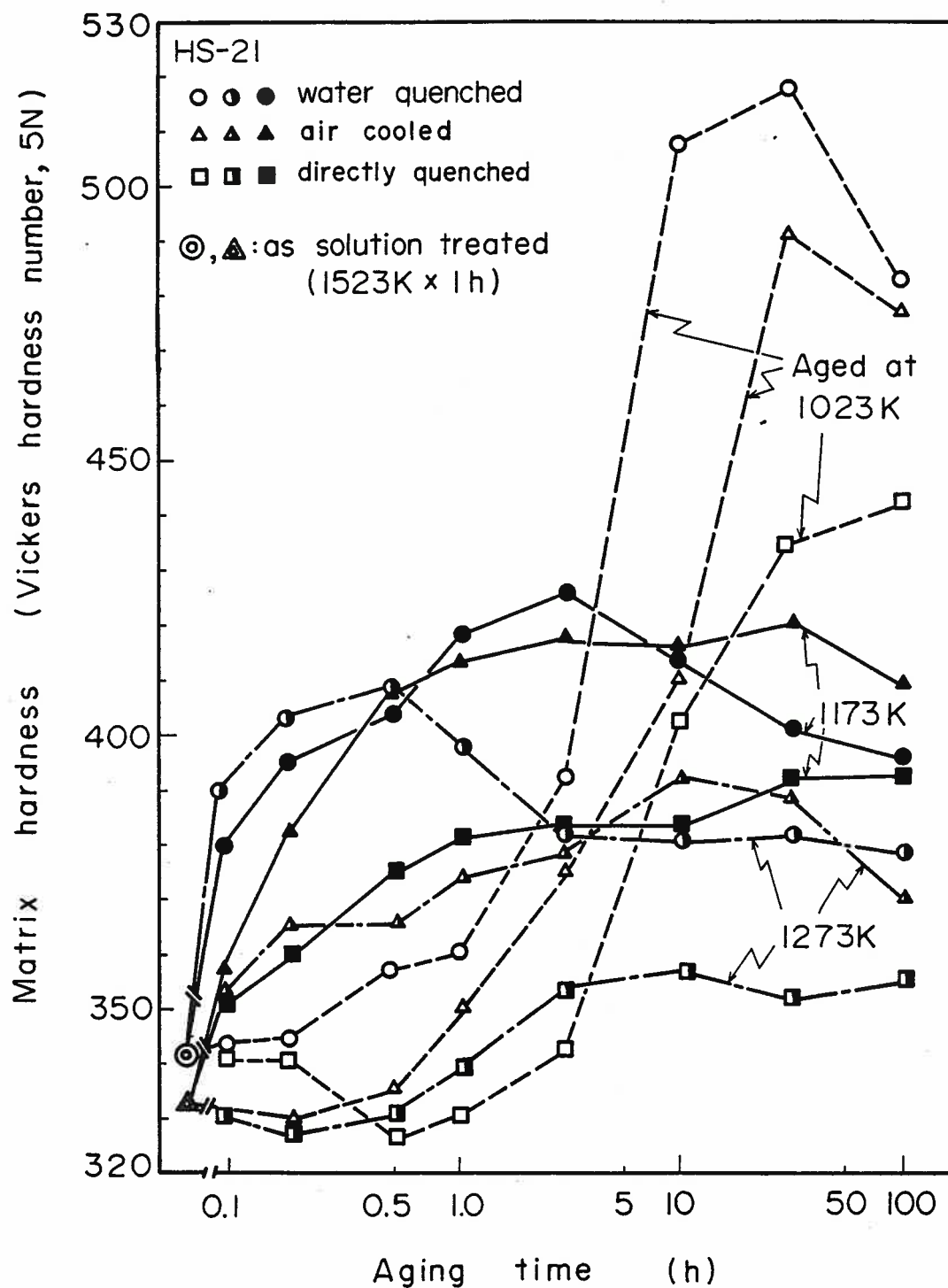


図3-6 時効中の粒内硬さの変化におよぼす溶体化加熱後の冷却法の影響

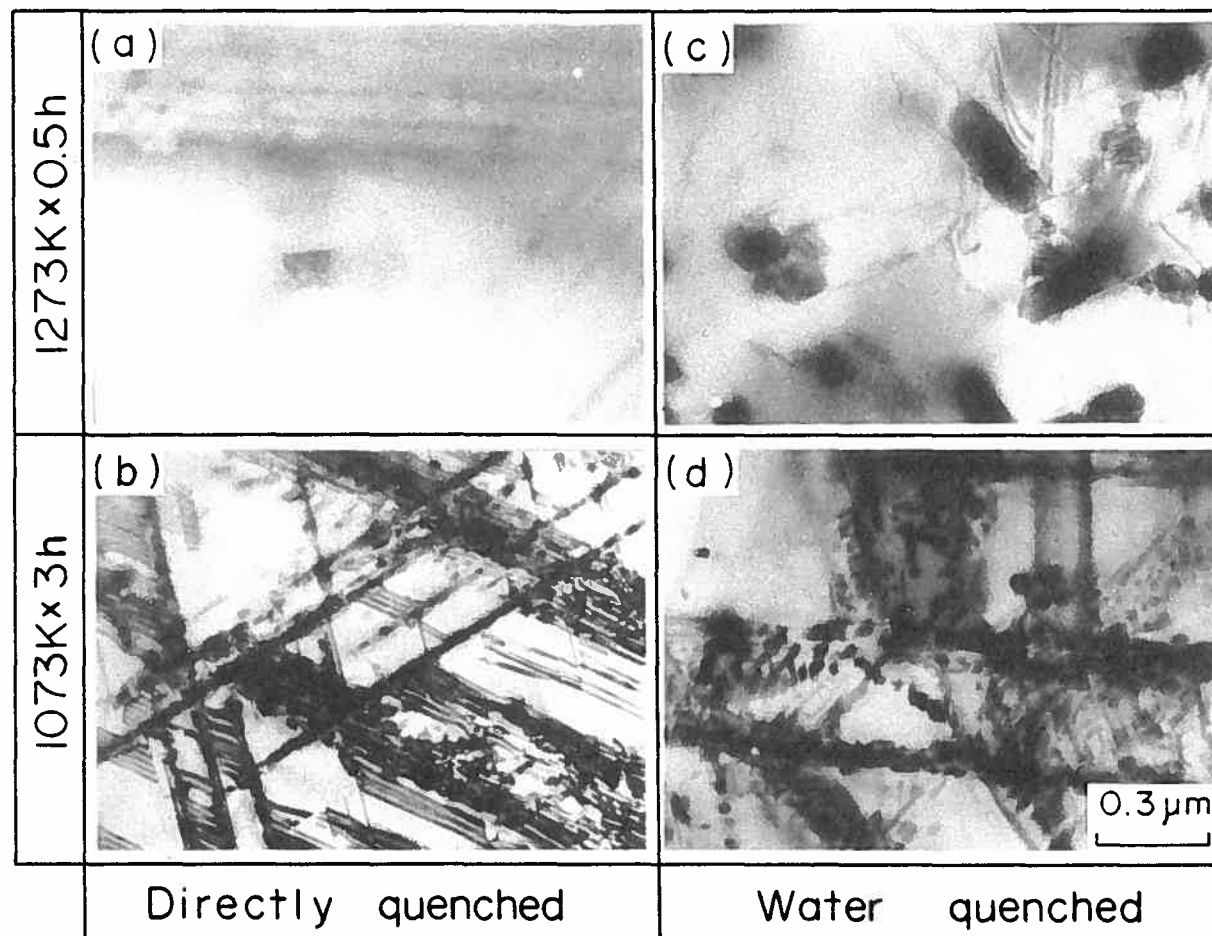


写真3-5 時効によって生じた粒内析出
(溶体化加熱 : 1523K×1h)

の関連について考察する。図3-7 に時効材の粒内硬さの等高線を、粒界反応の発生と成長のしやすさの目安と考えられる、粒界反応量 5% [4] の TTT 曲線とともに示した。粒内析出の核生成時期は、直接焼入材、空冷材とも、空冷した溶体化材からの硬さの増加が約 20 となる、350Hv の曲線にほぼ対応すると考えた。この図から、直接焼入材では、約1200K 以上になると粒界反応が多量に生じる一方、粒内析出はほとんど生じないことがわかる。また、約1200K 以下では粒界反応よりも粒内析出の方が早く生じることがわかる。これに対して、空冷材では全体的に粒内析出が発生しやすく、約1250K 近傍でも粒界反応と粒内析出はほぼ同時に、また、約1200K 以下では粒内析出の方が早く生じることがわかる。なお水冷材においては、前述のように、粒界反応はほとんど発生せず、粒内析出が多量に生じた。

このような析出挙動の差は、粒界反応の駆動力 [4] という点から説明することができる。前述のように、溶体化加熱後の冷却速度が速いほど冷却によって生じる粒内の転位密度は高くなり、時効中に生じる積層欠陥も多くなる。また、粒内析出はこのような積層欠陥上に多量に生じる。このため、時効によって粒内析出が多量に生じる水冷材や空冷材では、母相中の炭素の過飽和度が著しく低下するため、粒界反応の駆動力が低下し、粒界反応が生じにくくなると考えられる。また、直接焼入材においても、約 1200K [12] 以下では粒内転位が拡張して積層欠陥が生じ、その積層欠陥上に多量の析出物が生じる。このため、この温度以下では粒界反応が生じにくくなると考えられる。

21Cr-4Ni-9Mn 鋼においては粒内析出はほとんど転位上に生じ、HS-21 にみられるような析出機構の変化はみられなかった [3]。しかし、21Cr-4Ni-9Mn 鋼では時効温度の低下に伴って粒界反応よりも粒内析出の方が早く生じるようになるため [4]、低温側では冷却法の違いによらず、HS-21 の場合と同様に粒界反応は生じにくい。

3-3-3 クリープ破断特性への粒界強じん化の影響

供試材の 21Cr-4Ni-9Mn 鋼および HS-21 には、クリープ試験中に組織変化が起こる可能性があるため、粒界反応のクリープ破断特性への影響のみを検討することはむずかしい。そこで本研究では、まず、21Cr-4Ni-9Mn 鋼を用いて、粒内硬さをほぼ一定にして粒

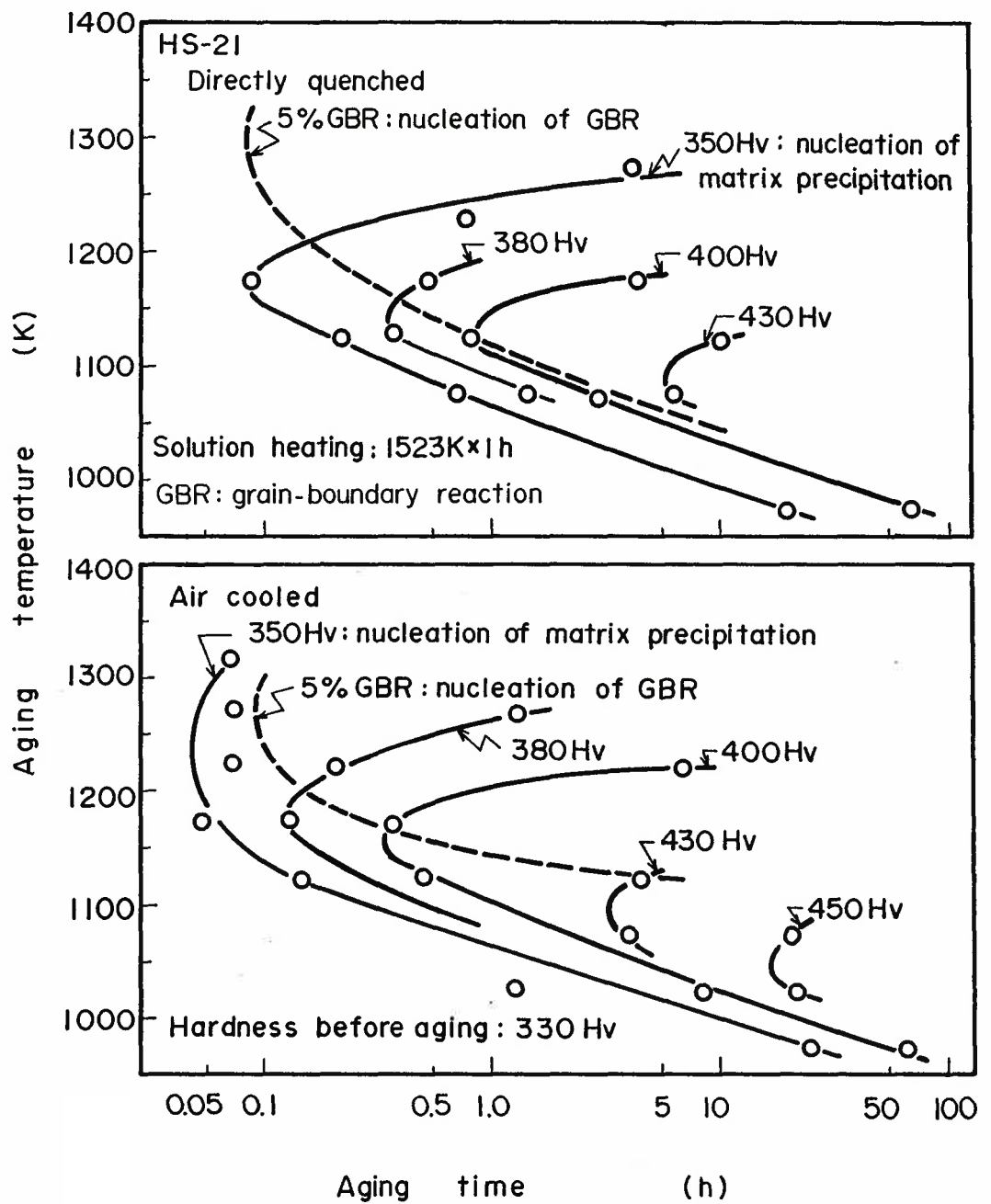


図3-7 時効中の粒内硬さの等高線と粒界反応量 5% の恒温変態曲線

界反応量のみを変えた試料でクリープ破断試験を行い、クリープ破断特性への粒界反応量の影響を調べた。つぎに、HS-21 を用いて、おもに粒界反応と粒内析出物の量を変えた試料でクリープ破断試験を行い、クリープ破断強度と結晶粒界の強じん化および結晶粒内の強化との関連について検討した。

はじめに、21Cr-4Ni-9Mn 鋼を用いたクリープ破断試験を 973K 大気中で行い、クリープ破断特性への粒界反応量の影響を検討した。図3-8 に、一例として、196MPa におけるクリープ曲線を示した。粒界反応量が 0% の試料に比べて、粒界反応を約 8% と 36% 生じさせて粒界形状をジグザグ化した試料では破断伸びがかなり大きい。また、破断寿命は粒界反応量によって大きく変化する、粒界反応量約 8% の試料は 0% の試料よりも長く、36% の試料は 0% の試料よりも短い。粒界反応量約 8% の試料では粒界反応量 0% のものに比べてクリープ破断寿命と破断延性がともに良好になる。図3-9 にクリープ破断特性と粒界反応量の関係を示した。いずれの負荷応力においても、クリープ破断寿命は粒界反応量 8% の試料で最も長い、粒界反応量 36% 以上の試料では、粒界反応量 0% の試料よりもクリープ破断寿命は短い。また、粒界反応量が 36% までは、破断伸びと定常クリープ速度は反応量の増加とともに増加するが、反応量が 36% 以上になるとそれらの増加はほぼ飽和する。定常クリープ速度が粒界反応量の増加に伴って増すのは、粒界反応ノジュール部の降伏応力が母相のそれよりも低いためと考えられる [6]。粒界反応量 8% の試料でクリープ破断寿命が最も長いのは、破断延性が反応量の増加に伴ってかなり増加したのに対して、クリープ速度はあまり大きくならないためと考えられる。

写真 3-6 に、973K において 196MPa の応力でクリープ破断させた試験片の破断部近傍の微細組織と破面を示した。写真 3-6(a),(c),(e) では横方向が引張方向である。写真 3-6(a) の粒界反応量 0% の試料には、数結晶粒の長さの直線的な粒界き裂が引張方向にほぼ垂直に生じている。これに対して、写真 3-6(c) の粒界反応量 8% の試料ではこのような長い粒界き裂はみられず、き裂の約 20% が粒界反応ノジュールと母相の界面で生じていた。写真 3-6(e) の粒界反応量 36% の試料でも同様の傾向があり、粒界反応ノジュール界面で生じたき裂は全体の約 90%以上にもなった。また、粒界反応が生じた試料の破断面には (写真 3-6(d),(f)) ぜい性的な粒界破面のほかに、粒界のジグザグ化に対応した

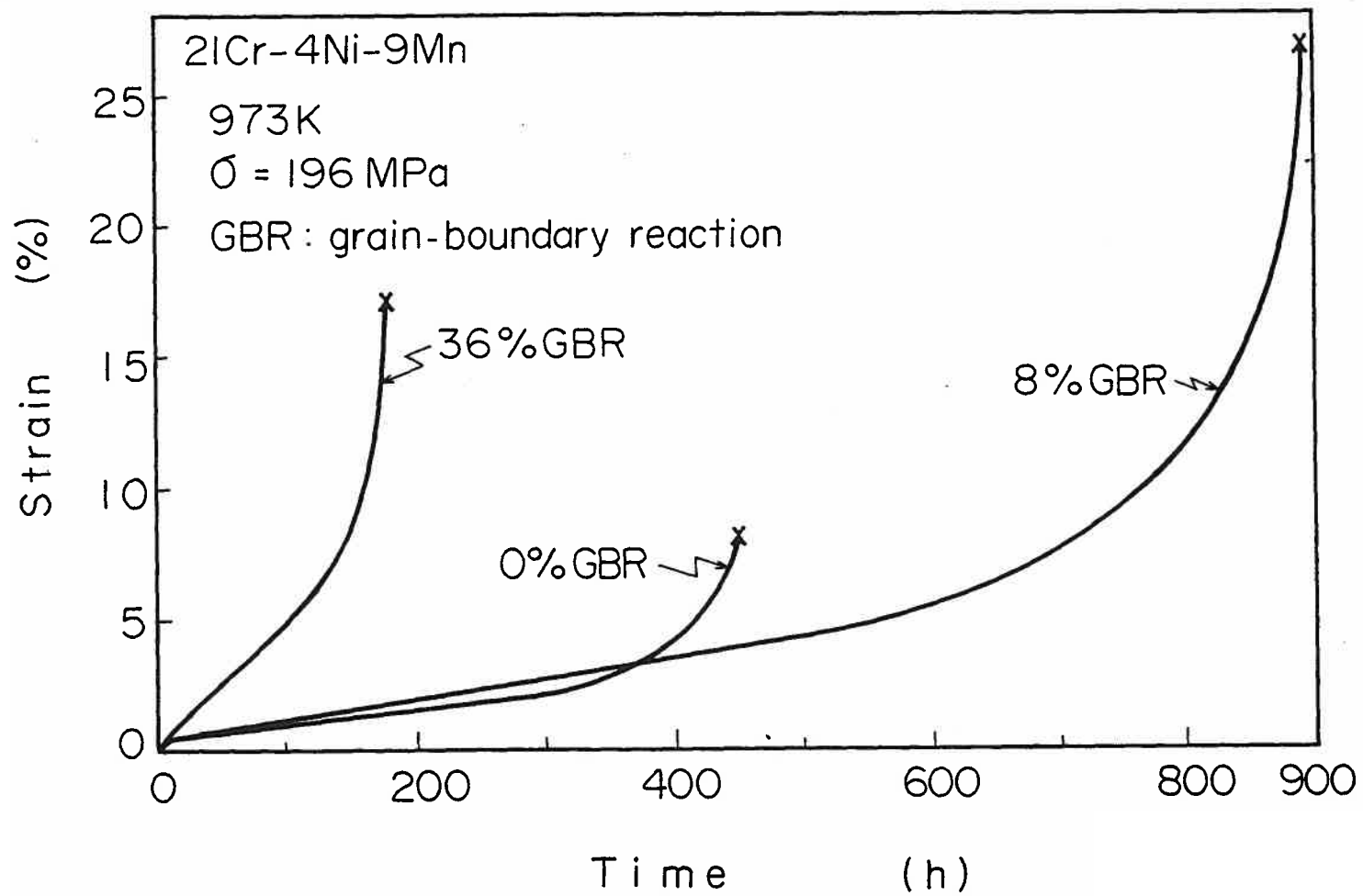


図3-8 21Cr-4Ni-9Mn鋼のクリープ曲線におよぼす粒界反応量の影響

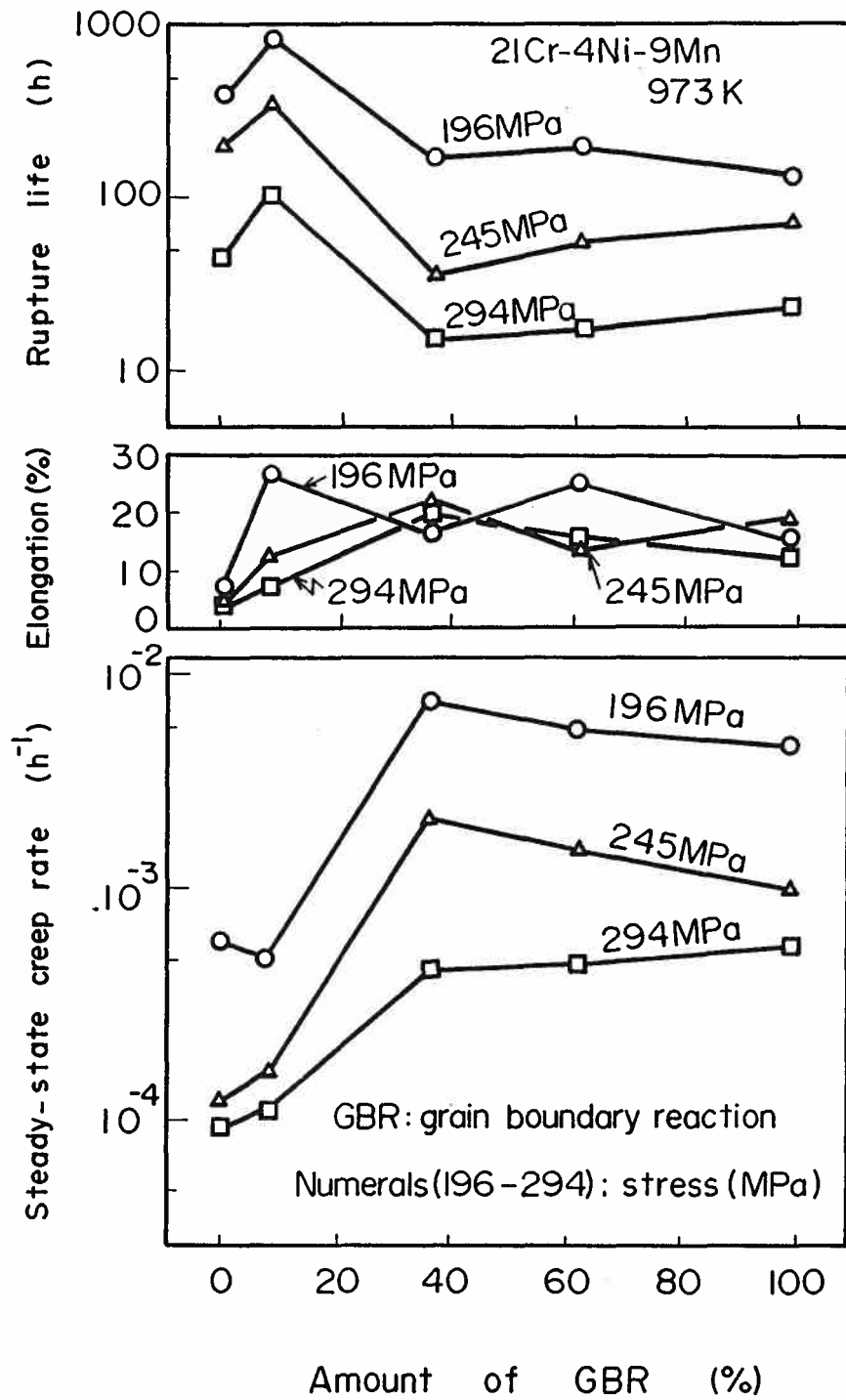


図3-9 21Cr-4Ni-9Mn 鋼のクリープ破断特性におよぼす粒界反応量の影響

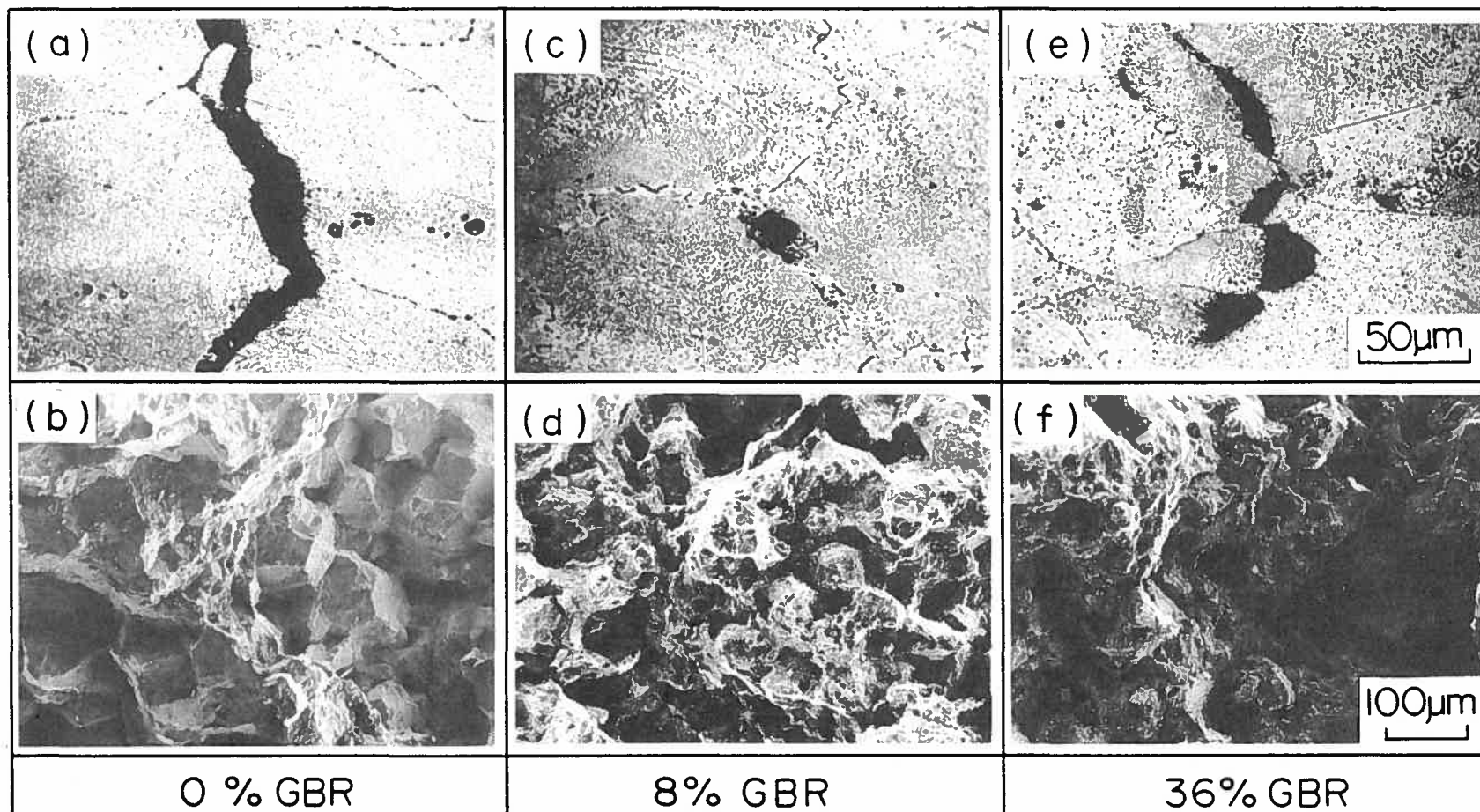


写真3-6 21Cr-4Ni-9Mn 鋼のクリープ破断後の微細組織 (973K、196MPa)

10 μ m 程度の段や、粒界反応ノジュール界面の破壊に対応すると思われるディンプル模様がみられる。

熱処理によって結晶粒界に粗大析出物を生じさせて粒界形状をジグザグ化すると、粒界すべりが抑制されて高温強度が改善されることが多くの研究によって明らかにされている [6, 18, 19]。本研究においても粒界反応の初期に結晶粒界に粗大析出物が生じて結晶粒界がジグザグになることが粒界強じん化の要因と考えられる。しかし、図3-9 にみられたような破断延性の大きな増加はこの粒界形状のジグザグ化のみでは説明できない。破断延性は粒界反応量が約 36% までは反応量の増加とともに増すことなどから、粒界反応ノジュール界面で延性的な破壊が発生することも、クリープ破断強度を高める重要な要因と考えられる [6]。

つぎに、HS-21 を用いたクリープ破断試験を 1088K 大気中で行った。図3-10に、一例として、137MPa におけるクリープ曲線を示した。溶体化加熱後に二段冷却した試料で、クリープ破断寿命は最も長い。溶体化加熱後炉冷して粒界反応のみを生じさせた試料では、破断伸びは大きい、定常クリープ速度も大きいため、クリープ破断寿命は短い。溶体化加熱後水冷した試料では、クリープ速度は低い、延性が著しく低いため、クリープ破断寿命は二段冷却材の場合に比べてかなり短い。

図3-11 に溶体化温度とクリープ破断特性の関係を示した。水冷材では、1503K で溶体化した試料が 1523K で溶体化したものよりもクリープ破断寿命は長く、また破断延性も大きい。これに対して二段冷却材では、1503K で溶体化した試料よりも 1523K で溶体化した方が、破断延性は小さいが、クリープ破断寿命は長い。とくに、1523K で溶体化した二段冷却材ではクリープ破断寿命が最も長くなり、破断延性も同じ溶体化温度の水冷材に比べて良好である。一方、1503K で溶体化後炉冷した試料では、破断延性は大きい、クリープ破断寿命は最も短い。

図3-12 に 1523K で溶体化処理した水冷材と二段冷却材について、負荷応力とクリープ破断特性の関係を示した。二段冷却材の方が水冷材に比べてクリープ破断寿命は約 3 倍長く、また、破断延性も二段冷却材の方がはるかに大きい。

写真3-7 に 1088K において 137MPa の応力でクリープ破断させた試料の破断部近傍の

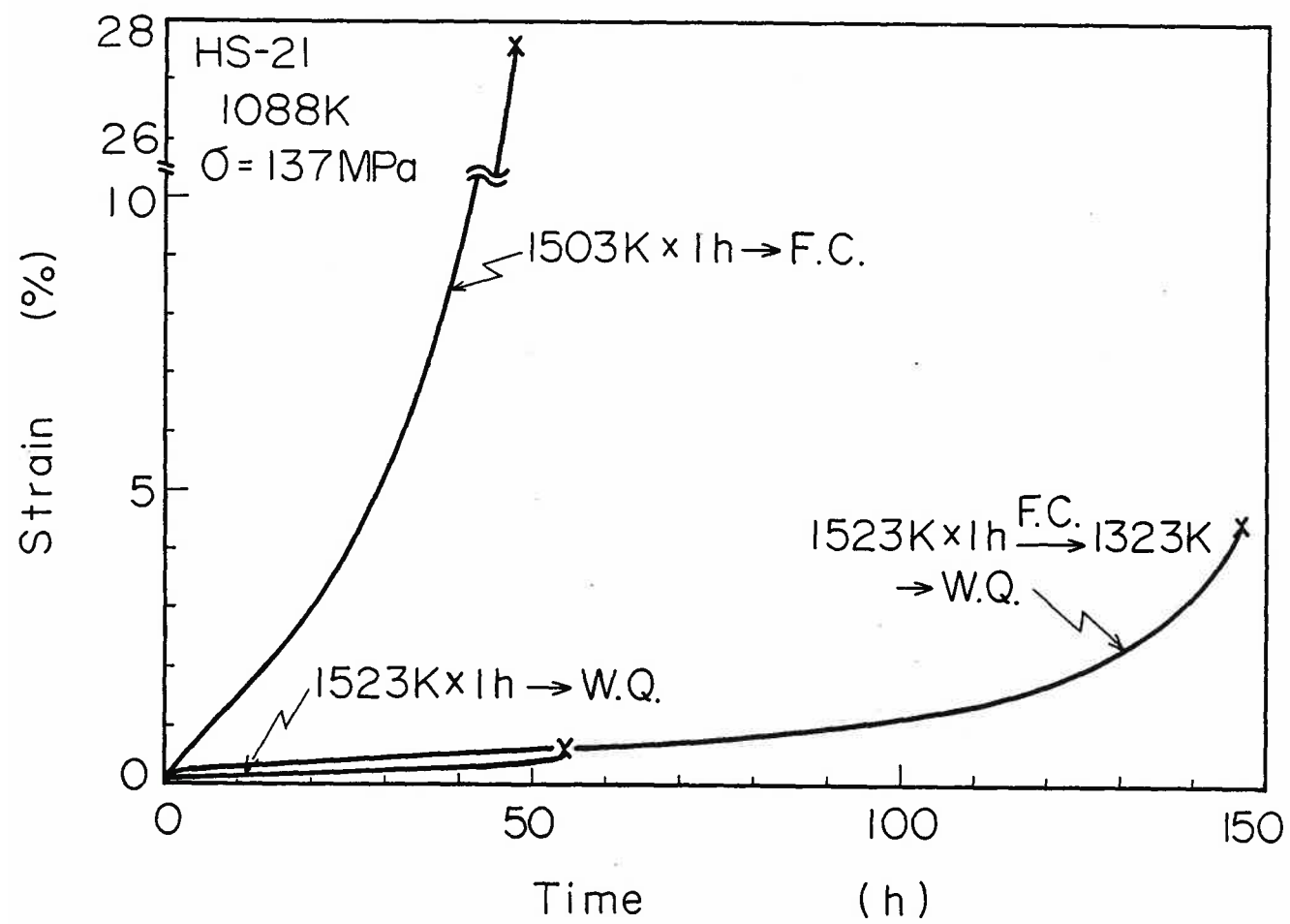


図3-10 HS-21 のクリープ曲線におよぼす熱処理の影響

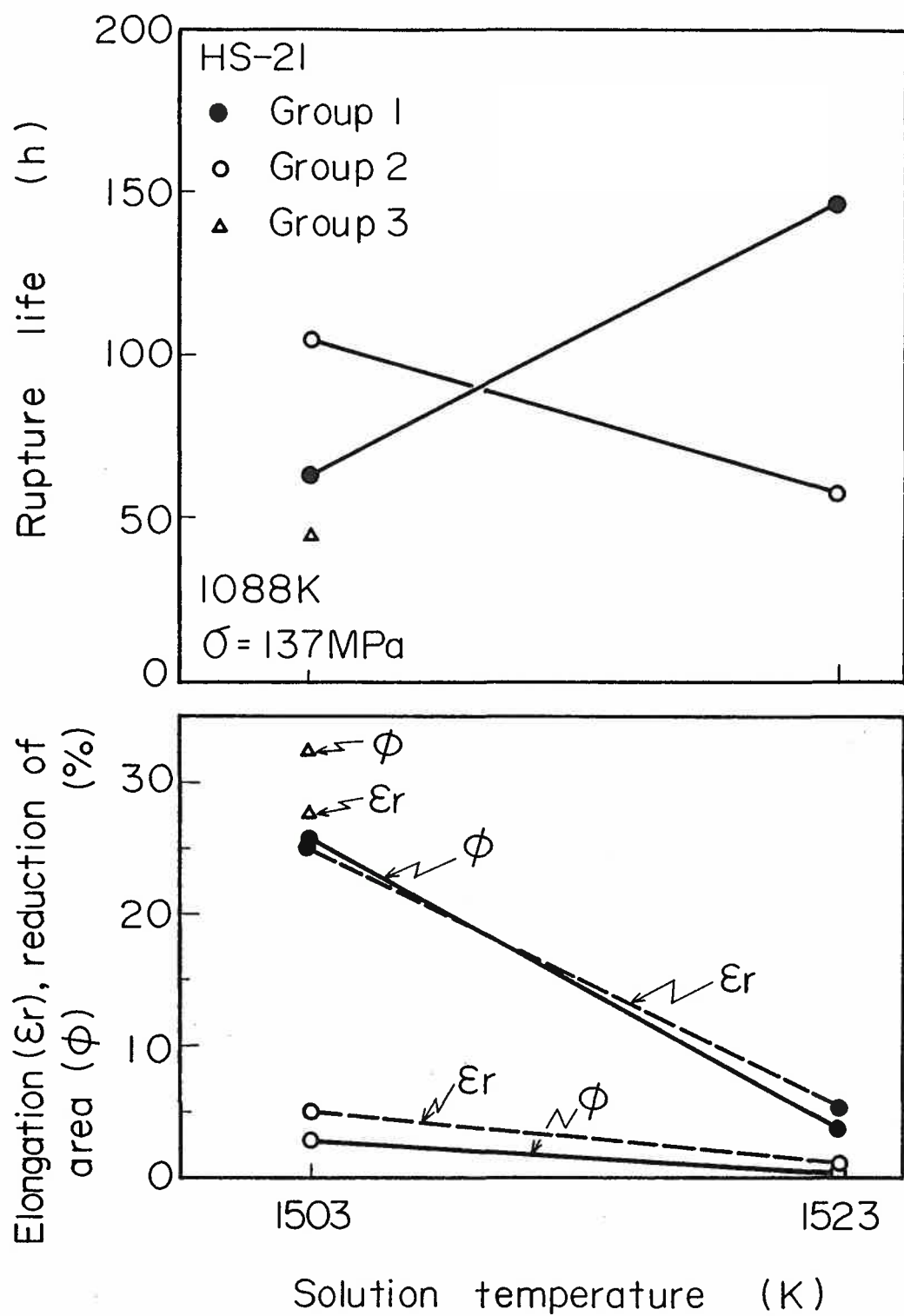


図3-11 HS-21 のクリープ破断特性への溶体化温度の影響

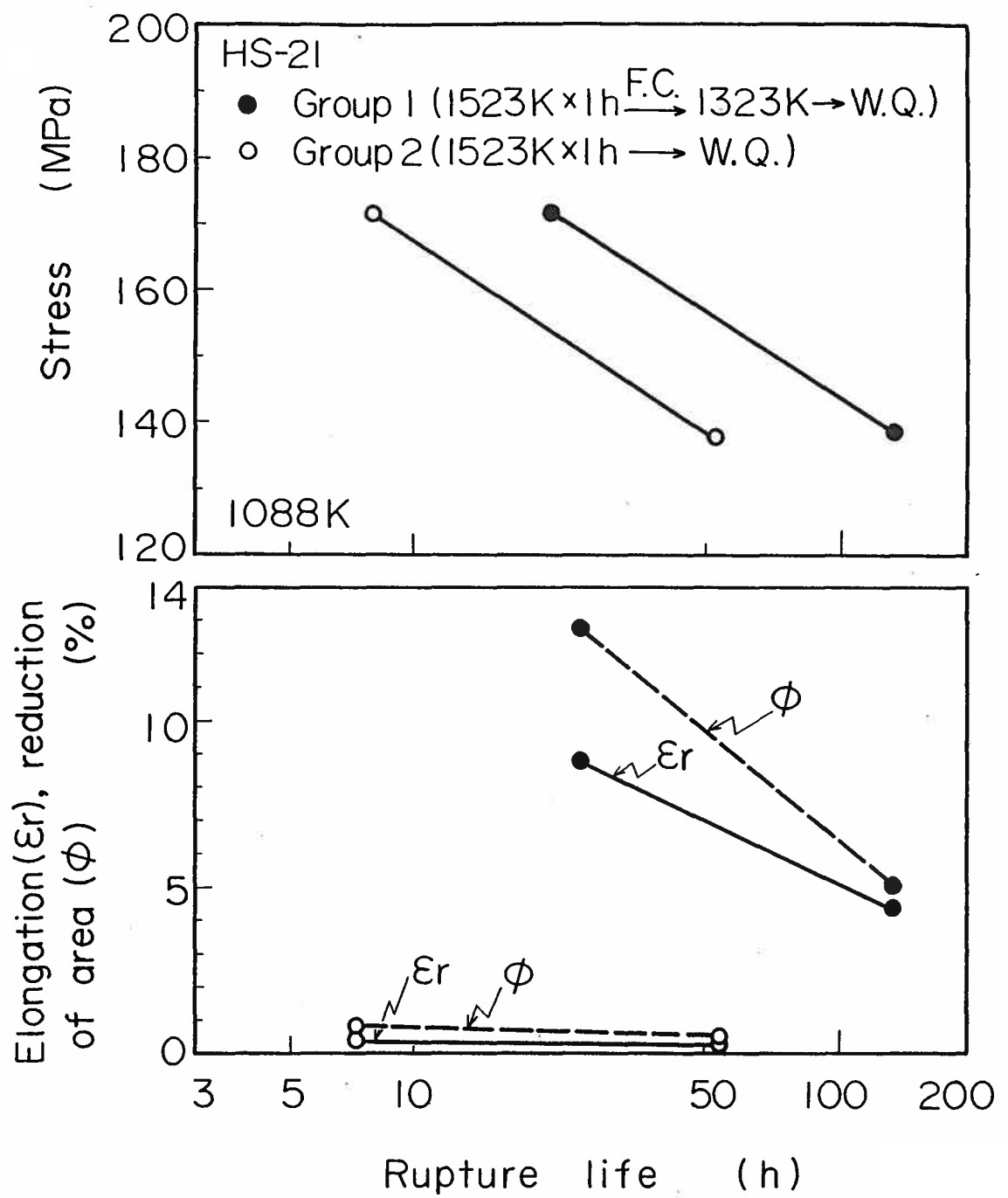


図3-12 HS-21 のクリープ破断特性におよぼす熱処理の影響

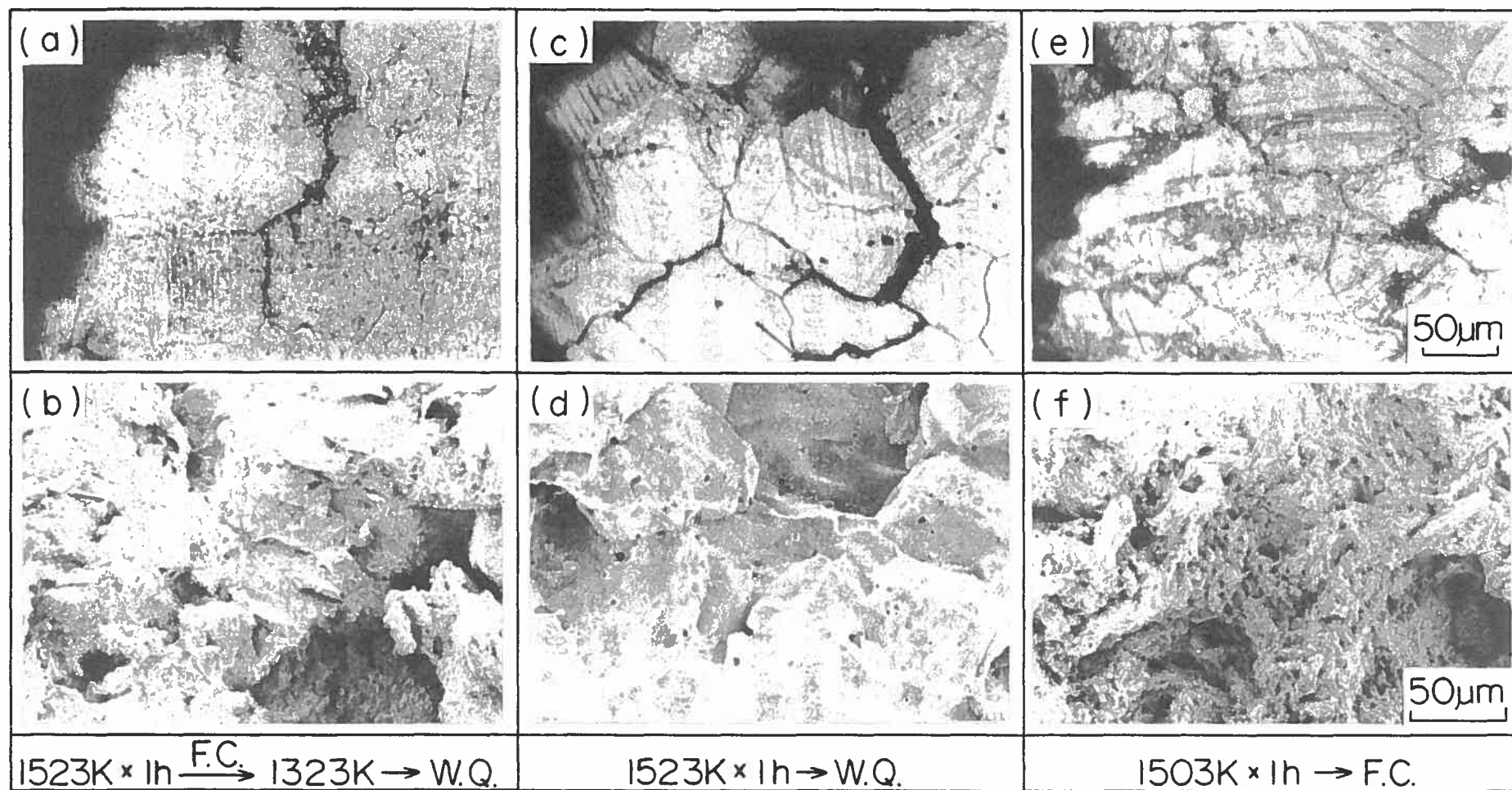


写真3-7 HS-21 のクリープ破断後の微細組織 (1088K 、137MPa)

微細組織と破面を示した。写真 3-7(a),(c),(e) では横方向が引張方向である。写真 3-7(a) の二段冷却材では、ジグザグ化した結晶粒界に小さなき裂が多数生じるが、大きな粒界き裂には成長しない。そして破面には、写真 3-7(b) に示すように、微小な $10\mu\text{m}$ 程度の段が多数認められ、ディンプル模様も観察される。一方、水冷材には長い粒界き裂が発生しており（写真3-7(c)）、破面にはぜい性的な粒界破面がみられる（写真3-7(d)）。炉冷材では、写真3-7(e),(f) のように、破面近傍の結晶粒は引張軸方向に大きく引き伸ばされ、破面には多数のディンプルが観察される。

これらの結果から、コバルト基超合金 HS-21 においても、粒界反応の発生によってクリープ破断寿命が改善されることがわかる。また、破面観察などの結果、クリープ破断寿命が改善される原因としては、21Cr-4Ni-9Mn 鋼と同様の機構が考えられる。すなわち、粒界形状のジグザグ化によって粒界すべりが抑制され、同時に粒界反応ノジュールと母相の界面から破壊が生じるようになって、破断延性が向上することが考えられる。さらに、HS-21 の試験結果から、粒内析出による結晶粒内の強化が高温強度改善に不可欠であることがわかる。すなわち、クリープ破断試験前に粒内析出が生じていなかった炉冷材では、約 13% の粒界反応が生じて結晶粒界がジグザグ化したにもかかわらず、クリープ破断寿命は最も短い。これは、炉冷材では粒内の変形抵抗が低いので、クリープ速度が大きくなるためと考えられる。したがって、クリープ強度を改善するには結晶粒界を強じん化すると同時に、結晶粒内も十分に強化することが必要である [20]。

3-4 小括

コバルト基超合金 HS-21 の粒界反応と粒内析出の発生におよぼす熱処理の影響について調べた。また、この HS-21 とオーステナイト系 21Cr-4Ni-9Mn 鋼を用いて、クリープ破断特性への粒界反応と粒内析出の影響について検討した。おもな結果を以下に要約する。

- (1) HS-21 を溶体化温度から炉冷すると冷却中に粒界反応が生じた。粒界反応は炉冷中

1373K 近傍から発生しはじめ、ほぼ 1173K で終了した。また、粒界反応は溶体化温度が 1523K から 1548K で最も多量に生じた。粒界反応が面積率で約 7% 以上生じると、結晶粒界は著しくジグザグ形状化した。

(2) HS-21 においては溶体化加熱後の冷却法の違いは、その後の時効中に発生する粒界反応に大きな影響をおよぼした。溶体化温度から直接時効温度に焼入れした場合は、1173K から 1323K の時効で粒界反応が多量に生じた。溶体化加熱後空冷した試料に発生する粒界反応量は、直接焼入材の場合の 1/2 以下であり、全体的に粒内析出の量が増加した。溶体化後水冷した試料では粒界反応はほとんど発生せず、粒内析出が著しく生じた。

(3) HS-21 を 1173K 以下の温度で時効すると、粒内析出は積層欠陥上に多量に発生し、粒内硬さは著しく増加した。ただし、この粒内析出にも溶体化加熱後の冷却法が大きく影響し、冷却速度の最も速い水冷材で粒内析出は最も多量に生じた。

(4) 21Cr-4Ni-9Mn 鋼について、結晶粒内の強度をほぼ一定にして粒界反応量のみを変化させた試料を用いてクリープ破断試験を行った結果、クリープ破断寿命は粒界反応を約 8% 生じさせた試料で最も長くなった。この原因としては、粒界反応の発生に伴って生じたジグザグ粒界が粒界すべりを抑制すること、および、破壊が粒界反応ノジュール界面で生じるに伴ってより延性的な破壊形態になることが考えられる。

(5) HS-21 については、クリープ破断寿命は、粒界反応と粒内析出を適度に生じさせ、粒界反応による結晶粒界の強じん化と粒内析出による結晶粒内の強化を行った試料で最も長くなった。粒内析出によって結晶粒内のみを強化した試料では延性が低く、また、粒界反応によって結晶粒界のみを強化した試料ではクリープ抵抗が低くなり、クリープ破断寿命はともに短くなった。したがって、高温強度を改善するには、結晶粒界を強じん化することと同時に、結晶粒内も十分に強化することが必要である。

参考文献

- (1) 美野和男: 機械の研究, 36(1984), p.1307
- (2) 山崎道男: 日本金属学会誌, 30(1966), p.1032
- (3) 小林光征, 田中学, 宮川大海, 嵯峨卓郎, 藤代大: 鉄と鋼, 58(1972), p.1984
- (4) 田中学, 宮川大海, 坂木庸晃, 藤代大: 日本金属学会誌, 40(1976), p.543
- (5) 田中学, 宮川大海, 坂木庸晃, 藤代大: 鉄と鋼, 65(1979), p.939
- (6) 藤田春彦, 田中学, 宮川大海, 坂木庸晃: 日本機械学会論文集, 45(1979), p.1451
- (7) 武田修三, 湯川夏夫: 日本金属学会報, 6(1967), p.783
- (8) 浜中人士: 日本金属学会報, 23(1984), p.238
- (9) C.Yaker and C.A.Hoffman: NACA TN 2320 (1951)
- (10) C.A.Hoffman and C.F.Robards: NACA TN 2513 (1951)
- (11) N.J.Grant and J.R.Lane: Trans. ASM, 41(1949), p.95
- (12) R.N.Taylor and R.B.Walerhouse: J. Mater. Sci., 18(1983), p.3265
- (13) J.W.Weeton and R.A.Sighorelli: Trans. ASM, 47(1955), p.815
- (14) K.Rajan: Met. Trans. A, 13A(1982), p.1161
- (15) J.B.Vander Sande, J.R.Coke and J.Wulff: Met. Trans. A, 7A(1976), p.389
- (16) 飯塚博, 田中学: 鉄と鋼, 71(1985), p.727
- (17) H.Iizuka and M.Tanaka: J. Mater. Sci., 21(1986), p.2803
- (18) 飯塚博, 田中学, 宮川大海, 藤代大: 日本機械学会論文集(A編), 51(1985), p.2569
- (19) 山本優, 堀内康, 宮川大海, 藤代大: 鉄と鋼, 69(1983), p.97
- (20) 宮川大海, 小林光征, 山本優: 学振123 委研究報告, 13(1972), p.31

第4章 クリープ・疲労の相互作用について

4-1 緒言

高温で使用する構造部材には、装置の起動・停止あるいは出力変動に伴って、応力やひずみの繰返しが作用する場合が多い〔1-3〕。したがって、このような条件下では、静的な負荷に伴うクリープ損傷のほかに、応力やひずみの変動に伴う疲労損傷、さらにはクリープと疲労の相互作用を考慮した損傷の評価が必要になる〔4-7〕。また、高温疲労においては、繰返し変形中にクリープ変形成分と塑性変形成分の両方が存在する場合が多く、各損傷量を正確に評価することはさらに困難である〔3,8-10〕。したがって、このような条件下における材料の強度への材料学的諸因子の影響を系統的に検討するためには、各損傷量を正確に評価できる損傷評価法を用いることが不可欠である。

クリープ・疲労重畳条件下における損傷評価法としては、これまでに線形損傷則やひずみ範囲分割法などの、いくつかの手法が提案されている〔3,6,11〕。そして、クリープ・疲労重畳条件下の寿命予測などを行うことによって、それらの損傷評価法の妥当性が検討されてきた。しかし、まだ十分なデータが得られておらず、クリープ・疲労の相互作用の有無に関しても、統一的な見解が得られていないのが現状である〔11〕。Manson らによって提案されたひずみ範囲分割法〔8,9〕は、このような条件下で生じた非弾性ひずみの性質に着目して損傷を評価するもので、クリープ・疲労の重畳条件下の損傷を評価する新しい手法として注目されている〔3,12,13〕。そして、これまでにこの手法を用いて、高温強度への温度やひずみ波形の影響などが検討されている〔3,9,10,14〕。しかしながら、応力保持を伴った疲労などへのこの手法の適用については、まだ不明な点が多く〔15-17〕、その有効性についてさらに検討する必要がある。

そこで本研究では、クリープと疲労の重畳する波形としては最も基本的な、クリープと疲労が交互に負荷される波形を用いて破断試験を行い、変形挙動と破壊形態へのクリープ・疲労の相互作用について調べた。さらに、線形損傷則とひずみ範囲分割法による寿命予

測を行い、クリープ・疲労の重畳条件下の損傷評価法について検討した。

4-2 供試材および実験方法

供試材は市販の SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼であり、その化学成分を表4-1 に示した。これに、1423K で 0.5 h の溶体化処理を施したのち、標点間距離 12mm、平行部直径 6mm のクリープ・疲労試験用の砂時計形試験片、および標点間距離 30mm、平行部直径 6mm のクリープ破断試験用の平滑試験片を作製した。

本研究では、はじめに、両振応力の繰返し応力クリープ試験とクリープ・疲労の重畳試験を行った。図4-1 に本研究で用いた波形を示した。試験は電気油圧サーボ式の疲労試験機を用いて 973K 大気中で行った。繰返し応力クリープ波形 (Type I) は、試験片軸方向に累積ひずみの生じない両振応力の台形波形である。Type II の波形は Type I の波形の途中に疲労負荷を挿入したクリープ・疲労の重畳波形であり、Type III の波形は軸方向クリープひずみの一部が累積ひずみ δ として蓄積するクリープ・疲労の重畳波形である。1 ブロックにおけるクリープ保持時間 (t_c) はすべて 10h であり、クリープ応力 (σ_c) は 77MPa- 123MPa である。Type I、II の波形では、クリープ保持後の最大圧縮応力値は、弾性リセット検出器を用いて自動的に決定し、累積ひずみ δ が生じないように制御した。Type II、III の波形では、1 ブロックに 20 サイクル (N) のひずみ制御の三角波形を挿入しており、その全ひずみ振幅 ($\Delta \varepsilon_t$) は 0.2% と 1.0%、周波数は 3cpm であった。また、比較のために行った定荷重クリープ試験は、容量 19.6kN の単一レバー式クリープ試験機を用いて 973K 大気中で行った。

破断後の試料を光顕と走査電顕を用いて観察した。また、クリープ・疲労の重畳試験と定荷重クリープ試験において発生する r 型空洞の観察は、破断時間がほぼ等しい条件の Type II の波形による試験 ($\sigma_c=77\text{MPa}$ 、 $\Delta \varepsilon_t=0.2\%$ 、 $t_r \approx 1600\text{ h}$) と定荷重クリープ試験 ($\sigma_c=100\text{MPa}$ 、 $t_r \approx 1350\text{ h}$) において、破断寿命の約 60% と約 70% の時点で試験を中断した試料、および破断した試料につき行った。結晶粒界に発生した

表4-1 供試材の化学成分 (wt%)

Steel	C	Cr	Ni	Mn	Si	P	S	Fe
SUS304	0.072	18.24	8.76	1.19	0.34	0.032	0.016	bal.

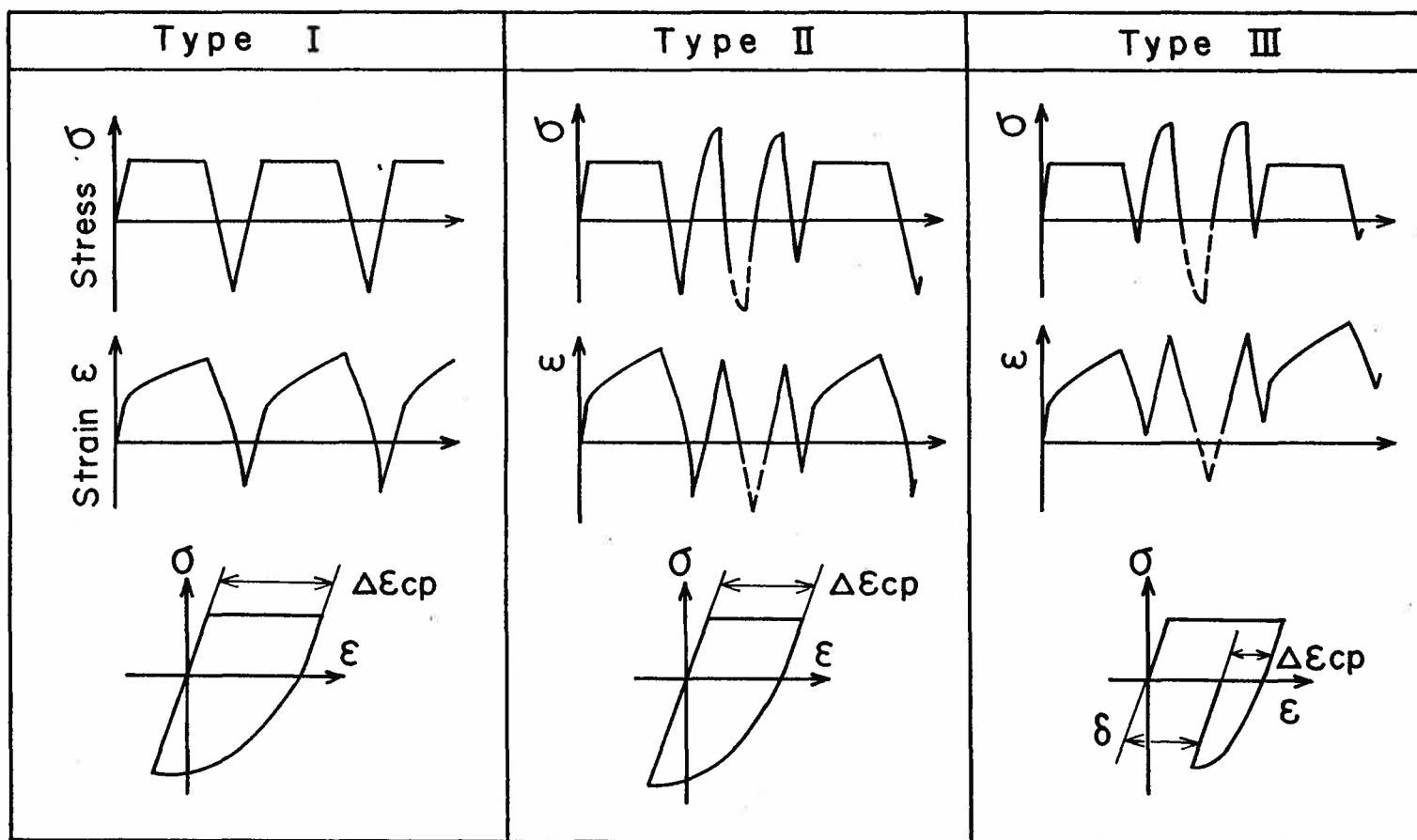


図4-1 繰返し応力クリープとクリープ・疲労の重畳波形の応力、ひずみ波形とクリープ
期のヒステリシスループ

r 型空洞数の測定は、走査電顕を用いて 2400 倍で、200-300 視野について行った。また、破断後の試験片の破面から 2mm-3mm 離れた部分につき薄膜試料を作成し、加速電圧 200kV の透過電顕を用いて、結晶粒内の転位組織を観察した。

4-3 実験結果

4-3-1 クリープ変形挙動

図4-2 に、クリープ応力負荷中に生じたクリープひずみ量の、繰返し数に伴う変化を示した。各波形とも一般の定荷重クリープ曲線によく似た変化を示し、破断直前にはクリープひずみは急増する。また、クリープ応力が同じであっても波形の種類や挿入される疲労の条件が異なると、クリープひずみ量に大きな差が生じる。図4-3 に破断寿命 (N_f) の半分の時点でのクリープ期のクリープ変形挙動を示した。各波形ともクリープ応力負荷後に遷移クリープが生じる。遷移クリープでの変形量は波形によってかなり差があり、Type II の波形で最も大きい。また、クリープ期においては応力負荷後 2h-3h で定常クリープが生じるが、その定常クリープ速度 ($\dot{\epsilon}_s$) にも波形によって多少の差が生じる。

図4-4 に、 $N_f/2$ サイクル目のクリープ応力負荷後に生じた、遷移クリープにおける変形量とクリープ応力の関係を示した。遷移クリープでの変形量には負荷した波形の種類によって著しい差が生じる。Type I、II および III の波形の比較から、 $\Delta \epsilon_t$ が 0.2% の小さなひずみ振幅の疲労挿入でも、その後の遷移クリープでの変形には大きく影響することがわかる。図には示していないが、 $\Delta \epsilon_t$ が 1.0% の疲労を挿入した Type II、III の波形では遷移クリープはほとんど生じなかった。図4-5 に $N_f/2$ サイクル目のクリープ期における、定常クリープ速度とクリープ応力の関係を示した。 $\Delta \epsilon_t$ が 0.2% の Type II、III の波形では、定常クリープ速度は定荷重クリープ試験のそれよりも大きい。しかし、各波形間の差は遷移クリープ変形量の場合ほど大きくはない。Type I と $\Delta \epsilon_t$ が 0.2% の Type II の波形における定常クリープ速度は、高クリープ応力下では定荷重クリープ試験の値とほぼ一致するが、クリープ応力の低下とともに、定荷重クリープ試験

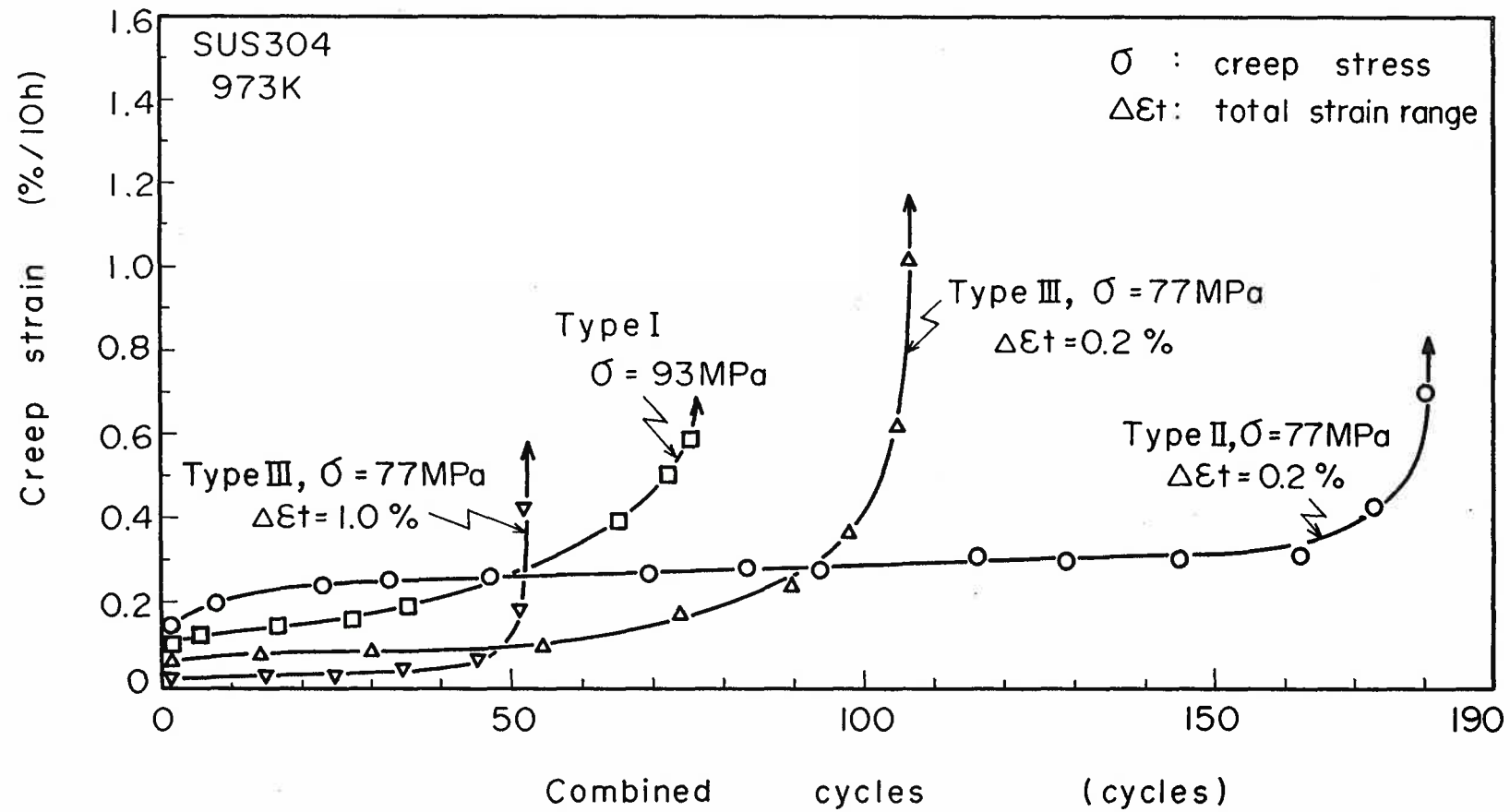


図4-2 各波形における一サイクルあたりのクリープひずみ量の繰返し数に伴う変化

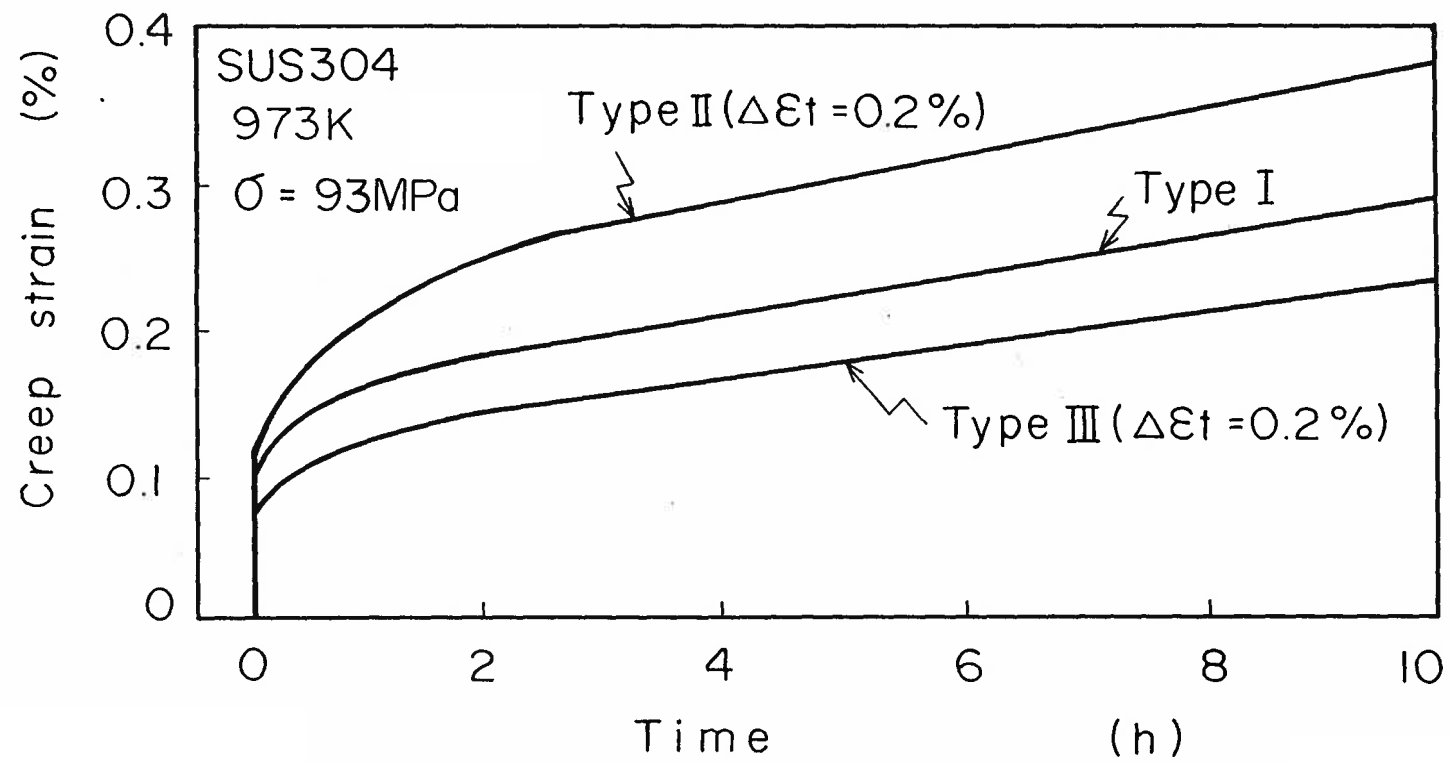


図4-3 各波形の破断寿命中期における一サイクルのクリープ変形挙動

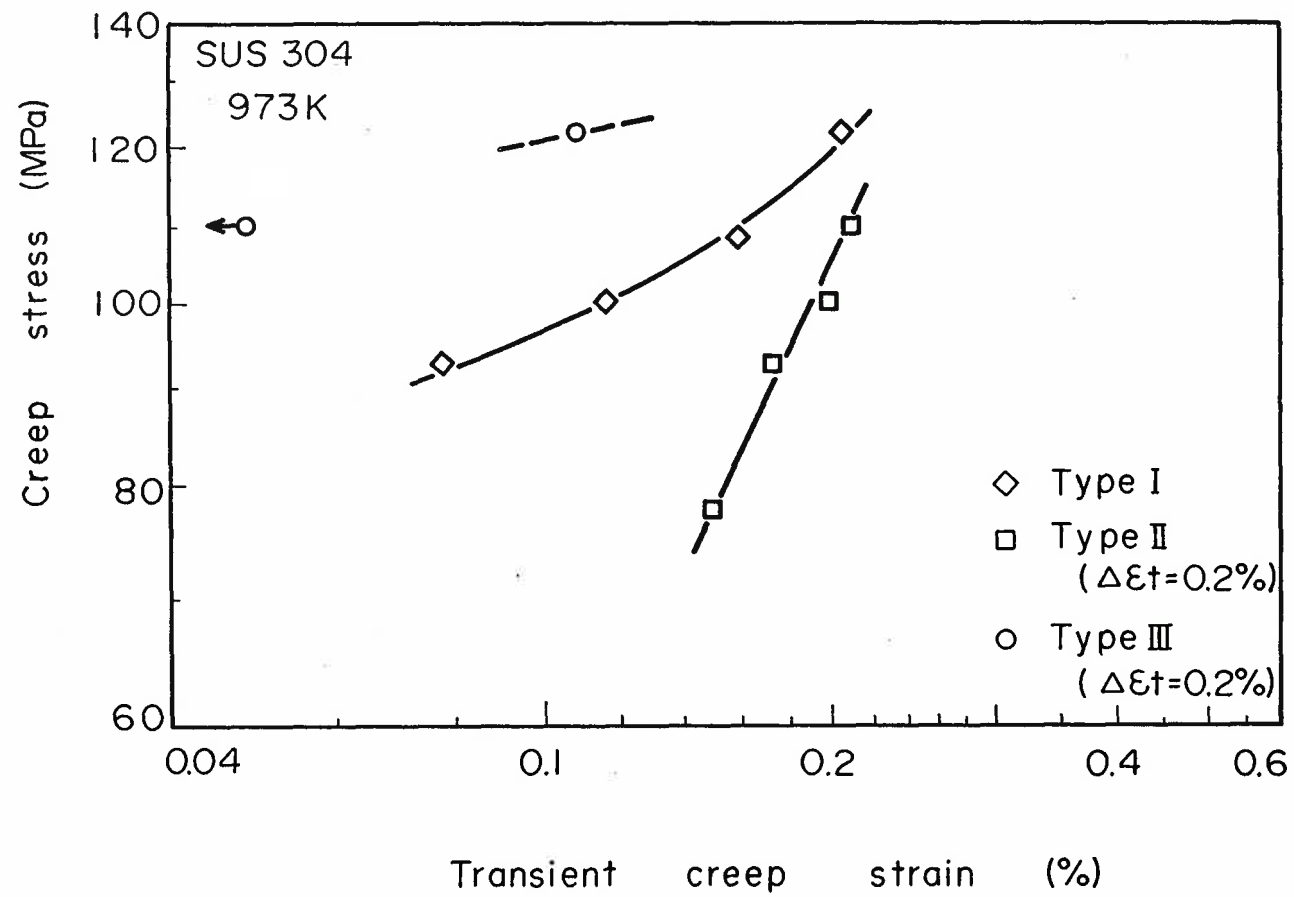


図4-4 クリープ応力と遷移クリープ変形量の関係

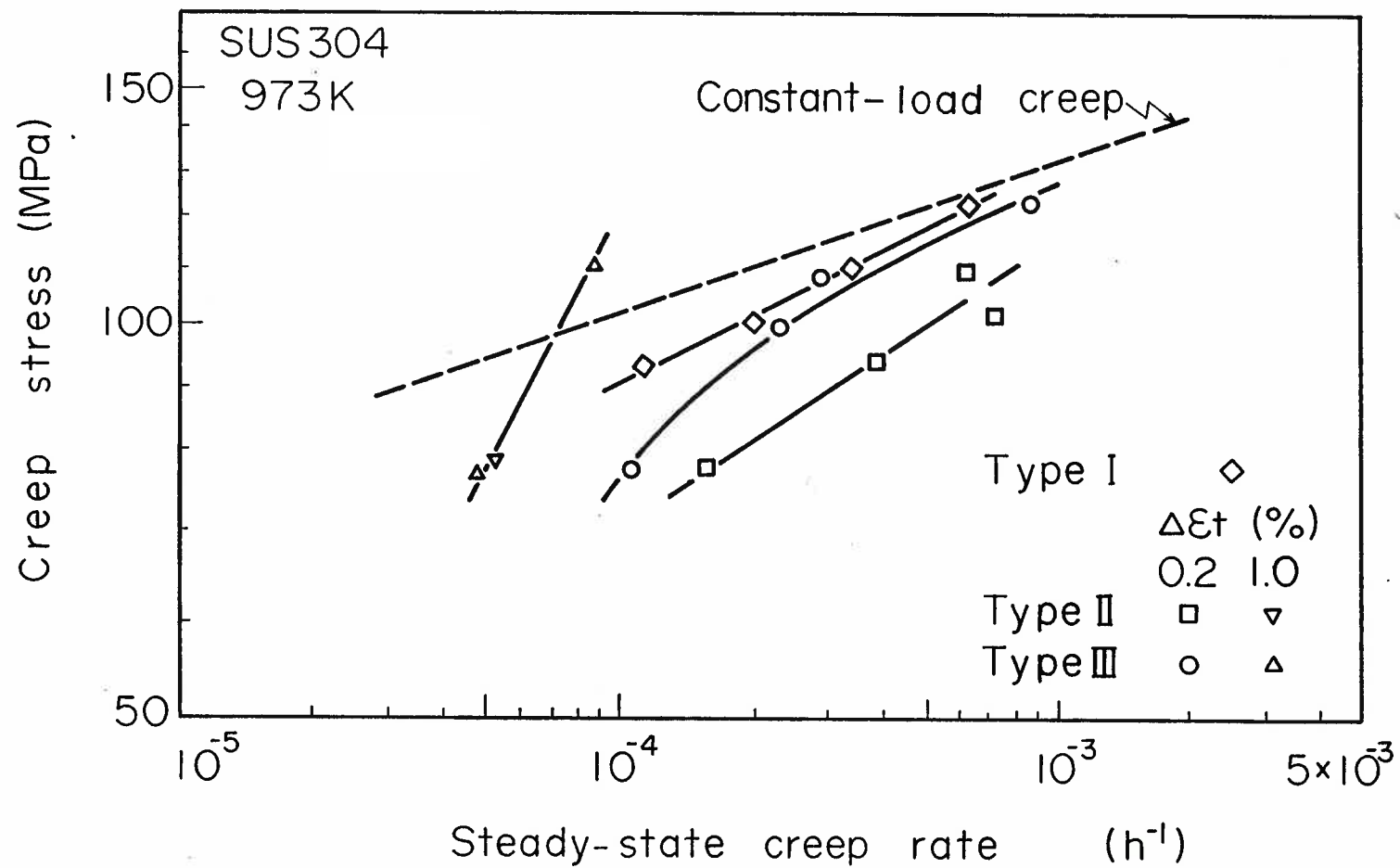


図4-5 クリープ応力と定常クリープ速度の関係

の定常クリープ速度よりも大きくなる傾向がみられる。

4-3-2 組織観察

Type I の繰返し応力クリープ試験で生じた破壊形態は、高温低サイクル疲労試験の低速- 高速の三角波形で生じる破壊形態 [10] に類似していた。すなわち、粒界破壊が支配的で、試験片内部にはくさび型の粒界き裂や、数結晶粒程度の長さに成長した粒界き裂が多数みられた。破壊はそれらの粒界き裂が成長・合体することによって生じた。

Type II、III の波形で破断した試験片の破壊形態はほぼ同じであった。写真4-1 に $\Delta \varepsilon_t$ が 0.2% の Type III の波形を負荷して破断した試料の微細組織を示した。結晶粒界にはくさび型き裂と r 型空洞の両者が観察される。クリープ応力が増加するに伴い、くさび型き裂が発生する割合は大きくなる傾向にあった。r 型空洞は結晶粒界上の析出物の周囲や、双晶と結晶粒界との交点などで多く発生していた。また、この r 型空洞は引張方向に垂直に近い結晶粒界だけに限らず、任意の方位の結晶粒界に分布していた。写真4-2 に、 $\Delta \varepsilon_t$ が 1.0% の Type III の波形を負荷して破断した試料の微細組織を示した。試験片表面からは粒内き裂が、そして試験片内部には粒界き裂が発生している。破面を観察すると試験片の表面付近に粒内破面がみられ、中心部には粒界破面がみられた。したがって、破壊はこれらのき裂が別々に発生し、合体して生じたと考えられる。また、クリープ応力が低くなると、試験片中心部に粒界き裂は発生せず、破壊は試験片表面から発生したき裂が伝ばすることによって生じた。写真4-3 にそのき裂発生点近傍の破面様相を示した。粒内破壊が生じており、破面上にはストライエーション模様が観察される。しかし、このき裂発生点から 0.6mm 程度内部に入ったところでは粒界破面が混在するようになり、さらに 1.0mm 程度内部に入ると、粒内破面よりも粒界破面の割合が大きくなった。写真4-4 に試験片の中心部の破面様相を示した。粒界破面が支配的であるが、一部にストライエーション模様が生じた粒内破面も観察される。

4-3-3 寿命予測

はじめに、線形損傷則を用いて、Type II、III のクリープ・疲労重畳試験における破

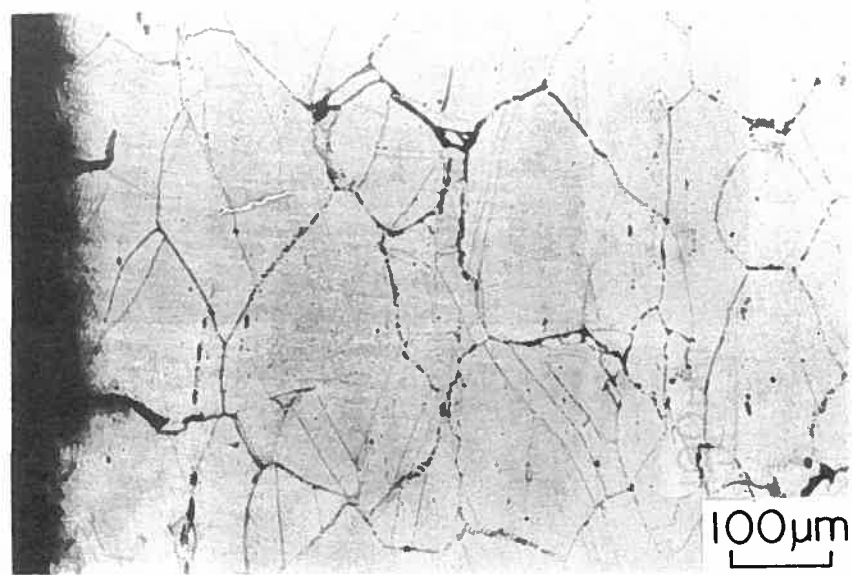


写真4-1 Type III の波形によって破断した試料の微細組織
($\sigma = 77\text{MPa}$ 、 $\Delta \epsilon_t = 0.2\%$)

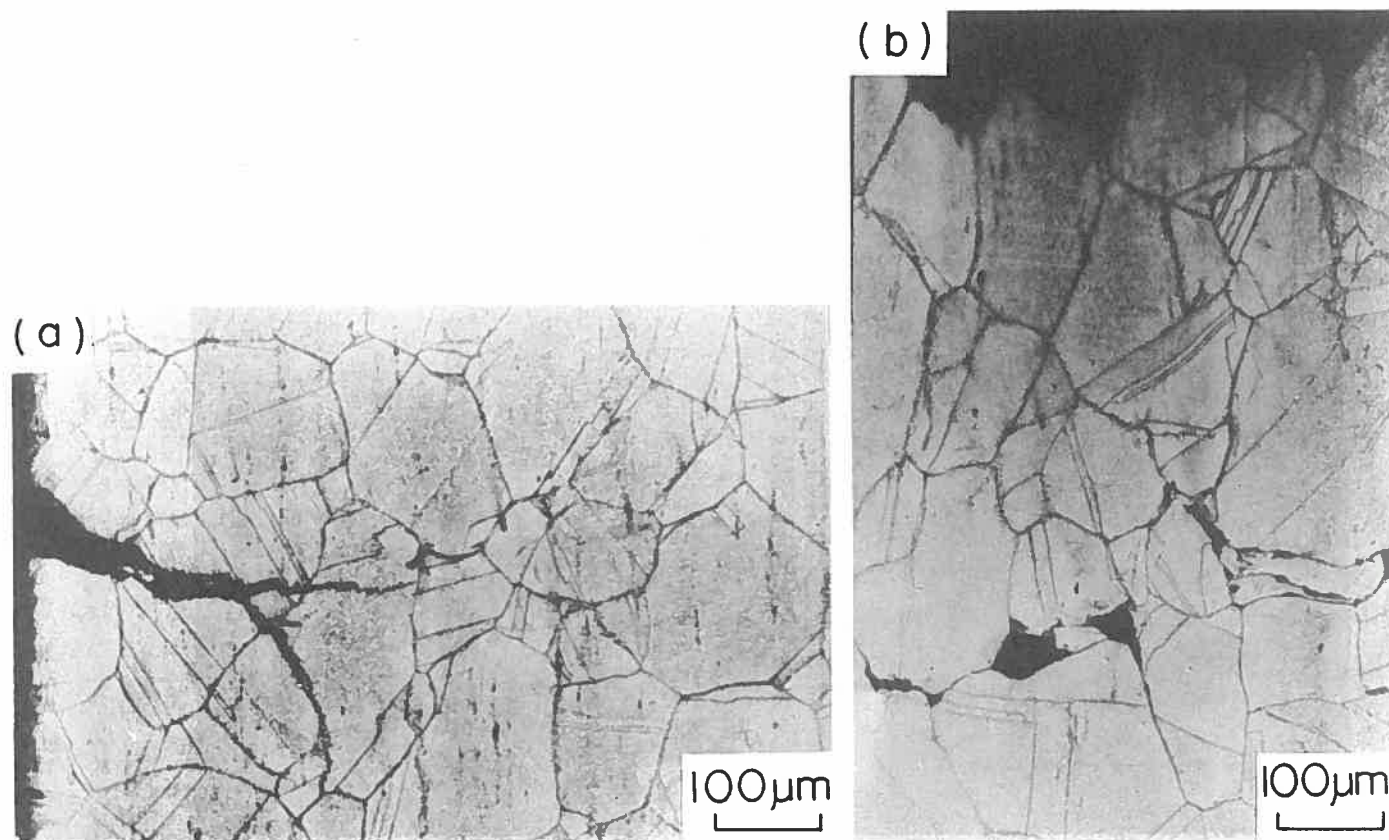


写真4-2 Type III の波形によって破断した試料の微細組織
($\sigma = 110\text{MPa}$ 、 $\Delta \epsilon_t = 1.0\%$)

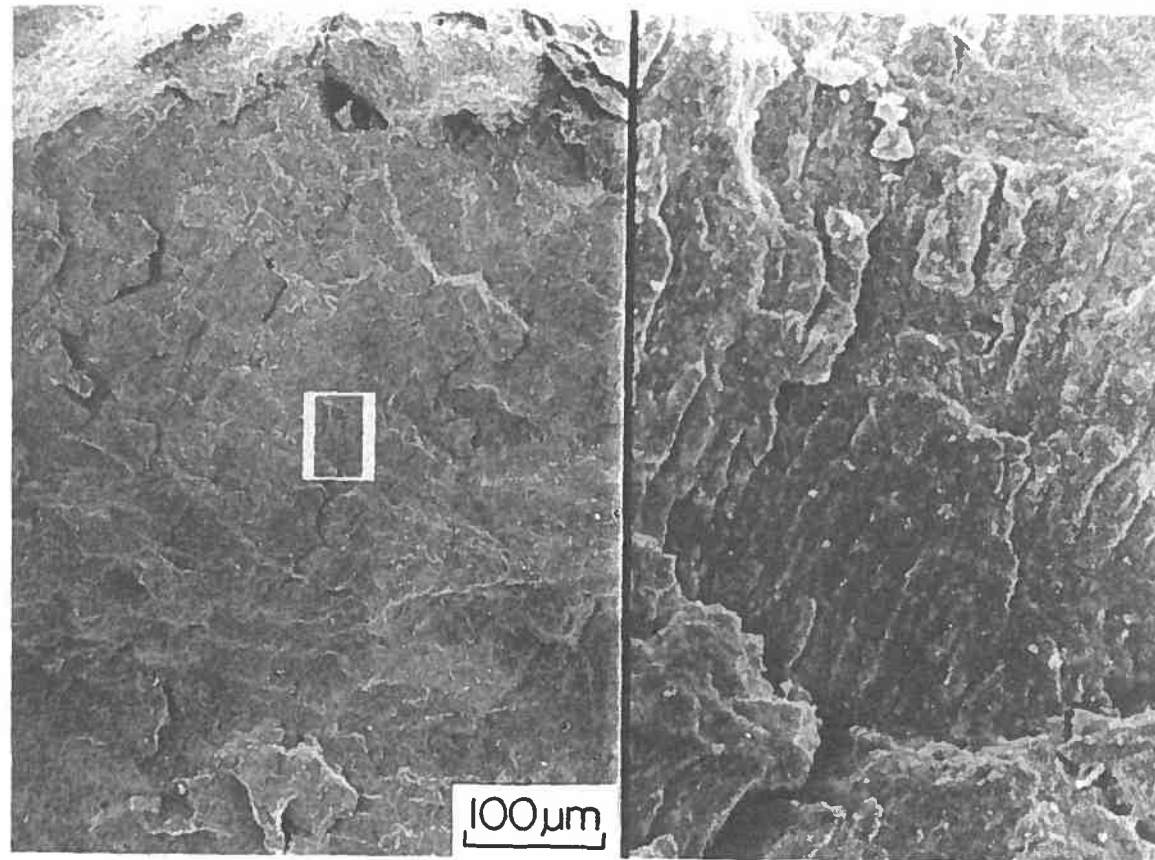


写真4-3 Type III の波形によって破断した試料のき裂発生近傍の破面様相
($\sigma = 77\text{MPa}$ 、 $\Delta \varepsilon_t = 1.0\%$)

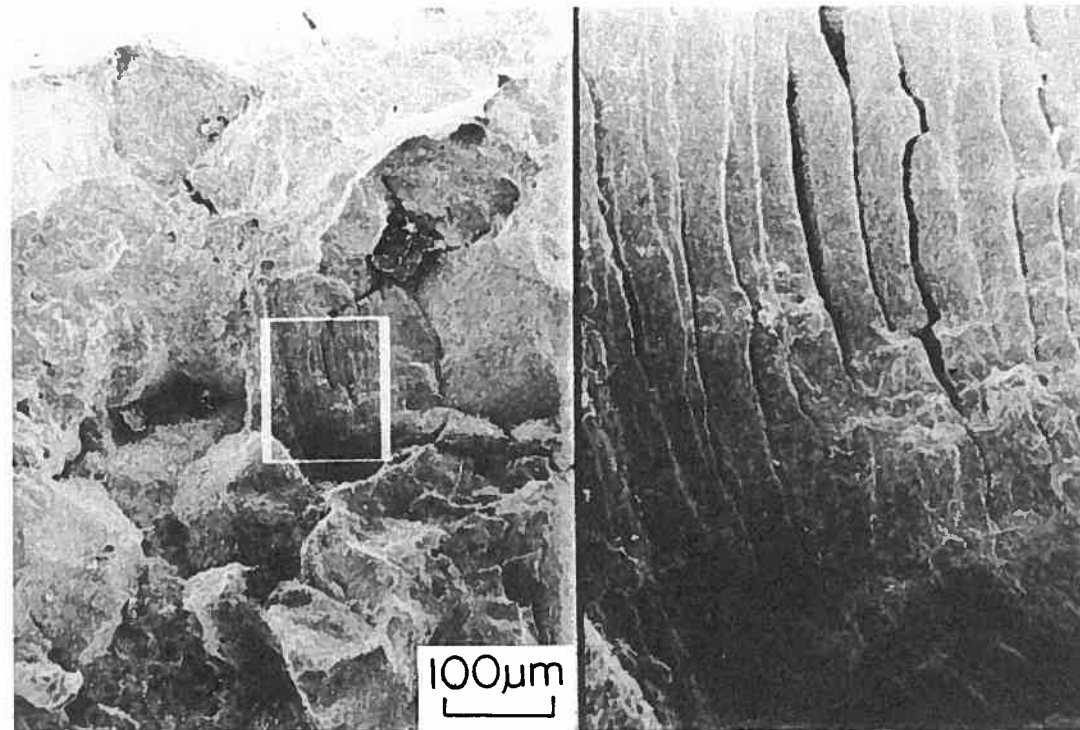


写真4-4 Type III の波形によって破断した試料の中心部付近の破面様相
($\sigma = 77\text{MPa}$ 、 $\Delta \varepsilon_t = 1.0\%$)

断寿命を予測した。寿命予測式は [3,6]、

$$\Sigma (tc/tr) + \Sigma (N/Nf) = 1 \quad (4-1)$$

ここで、tr は同一のクリープ応力 (σ_c) のもとでの定荷重クリープ破断寿命、Nf は同一の非弾性ひずみ範囲が負荷されたときの高温疲労の破断繰返し数である。図4-6 に破断寿命の予測値と実験値の比較を示した。破断寿命の予測値は大きくばらつき、とくに $\Delta \epsilon t$ が 0.2% の Type II、III の波形では、長時間側での予測値が実験値よりもかなり大きくなり、危険側の寿命予測になる。 $\Delta \epsilon t$ が 1.0% の Type II、III の波形については、ほぼ 1/2- 2 倍の範囲内の寿命予測が可能である。 $\Delta \epsilon t$ が 1.0% の Type II の波形については八木らによっても検討されており [4]、線形損傷則による破断寿命の予測は良好な結果を与える。

つぎに、Manson らによって提案されたひずみ範囲分割法 [8,9] による破断寿命の予測を行った。本研究で用いた波形における寿命予測式は [15,16]、

$$\frac{F_{cp}}{N_{cp}} + \frac{F_{pp}}{N_{pp}} + \frac{20}{N_{pp}'} + \frac{\delta_c}{D_c} + \frac{\delta_p}{D_p} = \frac{1}{N_{pre}} \quad (4-2)$$

$$F_{cp} = \frac{\Delta \epsilon_{cp}}{\Delta \epsilon_{in}}, \quad F_{pp} = \frac{\Delta \epsilon_{pp}}{\Delta \epsilon_{in}} \quad (4-3)$$

ここで、 N_{ij} は $\Delta \epsilon_{ij} - N_{ij}$ 曲線から求まる疲労の破断繰返し数（' は疲労期を示す）、 δ_i は累積ひずみ、 D_i は破断伸び、そして N_{pre} は予測寿命値である。また、添え字 ij の c はクリープ成分、p は塑性成分、そして in は非弾性成分を示す。ひずみ範囲分割法による寿命予測においては、寿命予測の基礎データとなる $\Delta \epsilon_{ij} - N_{ij}$ 関係を正確に求めておくことが最も重要である。本研究で用いた波形では、引張側にクリープ変形が、圧縮側に塑性変形が生じる、 $\Delta \epsilon_{cp}$ の非弾性ひずみ範囲に関する疲労特性が重要である。そこで、 $\Delta \epsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係としては、日本鉄鋼協会の高温クリープ・疲労分科会共同研究の結果 [10] から、低速—高速三角波形で得られた、

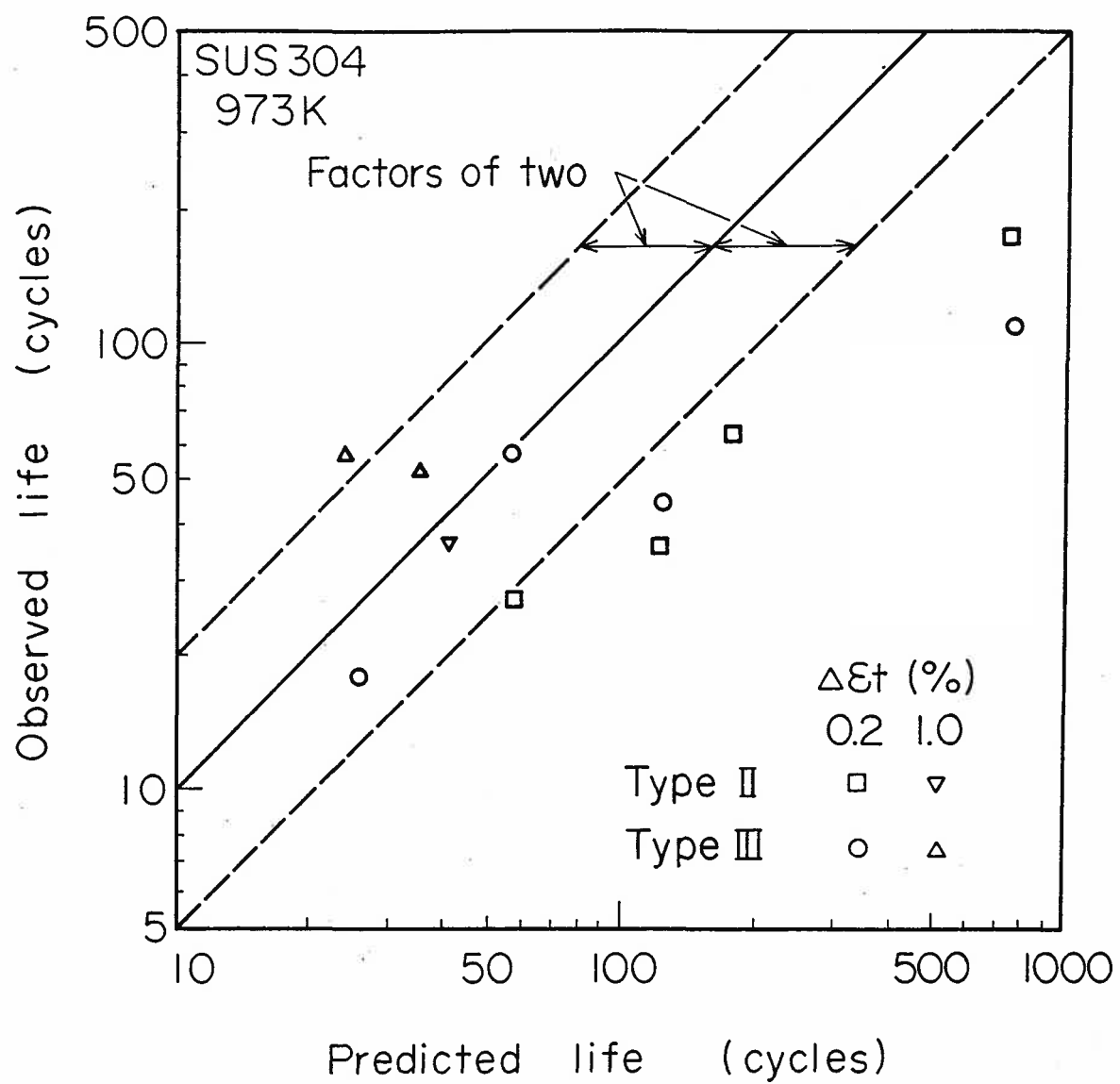


図4-6 線形損傷則による寿命予測の結果

$$\Delta \varepsilon_{cp} \times N_{cp} = 0.70 \quad (4-4)$$

の関係を用いた。この関係式は、他の報告における実験結果 [14] とほぼ一致するので、SUS304鋼の 973K において三角波形について得られる、 $\Delta \varepsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係としては妥当なものと思われる。また、保持を伴う台形波形から求まる $\Delta \varepsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係として、本研究で行った両振応力の繰返し応力クリープ (Type I) 試験の結果から、

$$\Delta \varepsilon_{cp} \times N_{cp}^{0.94} = 0.12 \quad (4-5)$$

を用いた。(4-4) と (4-5) 式の特性にはかなりの差があり、どのような波形で得たかによって、 $\Delta \varepsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係にかなりの差が生じることがわかる。図4-7 に(4-4) 式をもとにした寿命予測の結果を、また、図4-8 に(4-5) 式をもとにして行った寿命予測の結果を示した。図4-7 では、予測値は多くの場合実験値とはば 1/2 - 2 倍の範囲で一致するが、挿入した疲労の $\Delta \varepsilon_t$ が 0.2% の波形で多少危険側の予測になる。また、図4-8 では、 $\Delta \varepsilon_t$ が 0.2% の Type III の波形で予測値と実験値の一致が良いが、他の波形ではかなり安全側の予測結果になる。これらの結果から、ひずみ範囲分割法による寿命予測では、予測に用いる基礎的な実験結果の妥当性がきわめて重要であることがわかる。

4-4 考察

4-4-1 変形挙動におけるクリープ・疲労の相互作用

クリープ・疲労の重畳波形におけるクリープ期の変形挙動は、挿入された疲労繰返しや圧縮方向負荷によって生じる塑性変形に影響され、定荷重クリープの場合に比べて、遷移クリープの変形量や定常クリープ速度が増加する。塑性変形の挿入によってクリープ変形

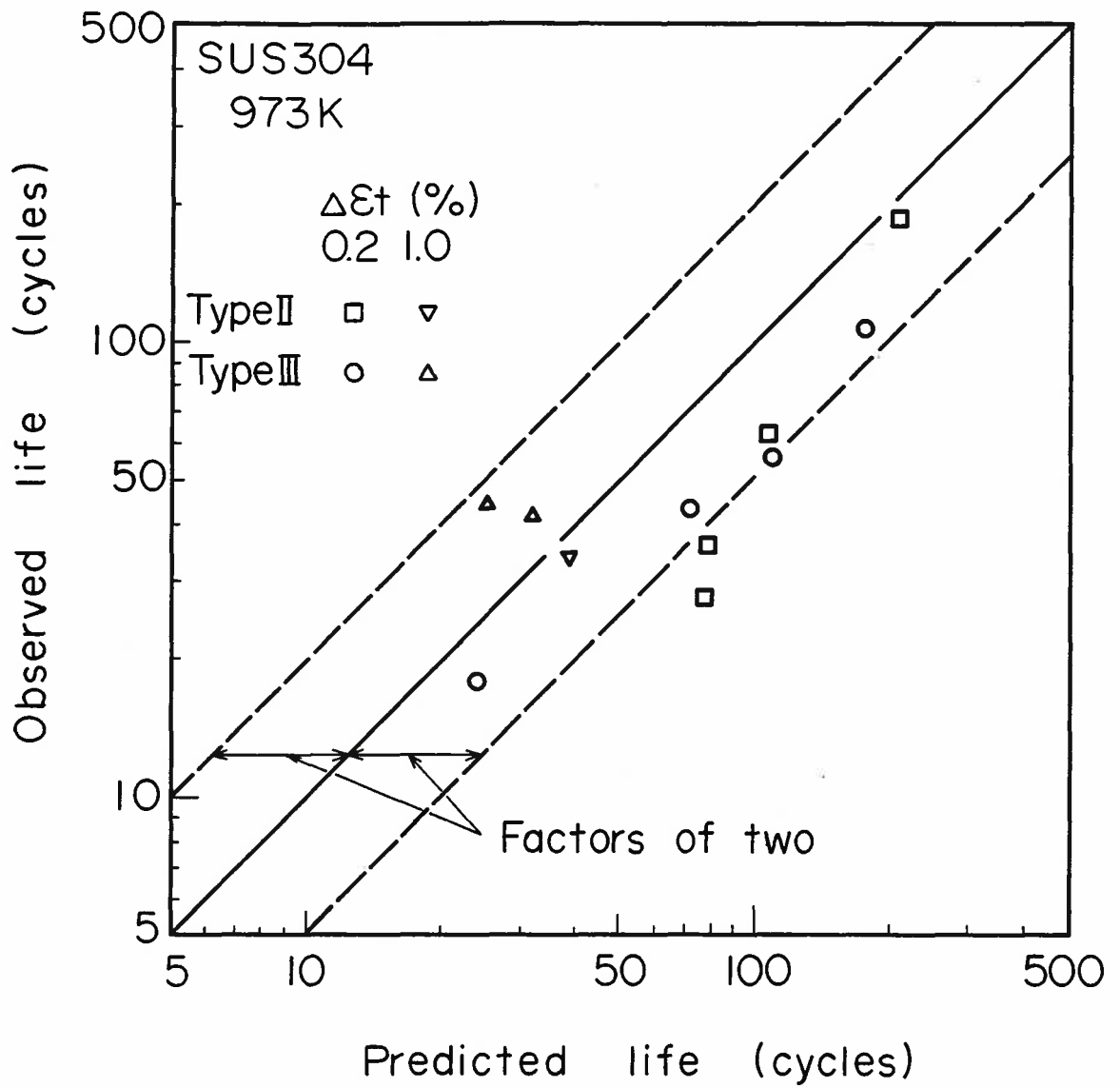


図4-7 短時間試験によって求めた $\Delta \epsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係をもとにしたひずみ範囲分割法による寿命予測の結果

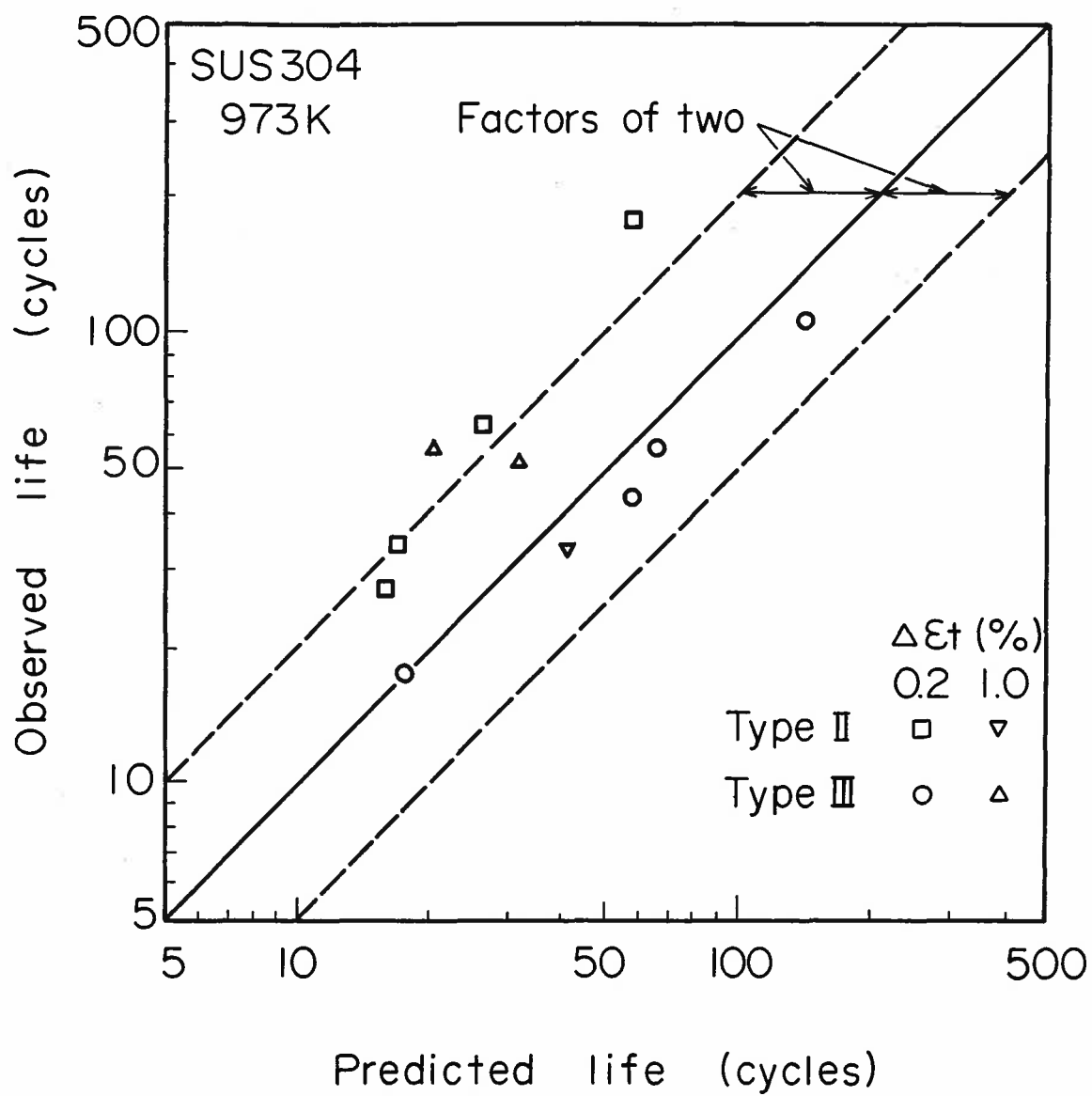


図4-8 Type I の波形から求めた $\Delta \epsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係をもとにしたひずみ範囲分割法による寿命予測の結果

が促進される現象は、片振の繰返し応力クリープ [3] やクリープ・疲労の重畳波形 [18] において、これまでも観察されている。また、Turner [19] は平均応力に両振の疲労波形が重畳する波形でクリープ速度の加速現象を調べ、クリープ変形の促進は平均応力よりも応力変動時の非弾性ひずみ範囲におもに影響されることを指摘した。さらに、クリープ応力の促進を、ひずみ駆動による転位の再配列の機構によって説明した。

SUS304 鋼の 973K におけるクリープ変形挙動は結晶粒内の転位組織、たとえばセル組織などと密接に関係する [19]。そこで、結晶粒内の転位組織の観察結果をもとにして、挿入された塑性変形の影響について考察した。図4-9 にセル寸法とクリープ応力の関係を示した。 $\Delta \varepsilon t$ が 0.2% の Type II、III の波形においては、セル寸法は定荷重クリープ試験片に形成されたセルの寸法にほぼ一致し、挿入された塑性変形の影響や累積ひずみの有無の影響はない。また、 $\Delta \varepsilon t$ が 1.0% の Type II、III の波形によって試験片に形成されたセル寸法は高温低サイクル疲労試験において試験片に形成されるセルの寸法にほぼ一致した。すなわち、結晶粒内に発達したセルの寸法は $\Delta \varepsilon t$ の大きさに依存していた。これらの結果から、本研究で用いたクリープ・疲労の重畳波形によって試験片に形成されたセルの寸法には、クリープと疲労の相互作用は現れないことがわかる。つぎに、このセル内の転位密度を測定した。図4-10に、 $\Delta \varepsilon t$ が 0.2% の Type II、III の波形と、定荷重クリープ試験において生じたセル内の転位密度を比較して示した。Type II、III の波形における転位密度は定荷重クリープ試験の場合よりも高い。また、セル内の転位密度は Type II と III の波形間ではほとんど差はない。写真4-5 に $\Delta \varepsilon t$ が 1.0% の Type II の波形と高温低サイクル疲労によって形成された転位組織を示した。セル壁は Type II の波形における組織でやや不明瞭になっており、純粋な疲労の組織とは多少差がある。また、セル内の転位密度は Type II の波形の方がやや高いようである。

これらの結果から、クリープ・疲労の重畳波形では、一定負荷条件下で形成された転位組織が、その後の負荷条件の変化によって破壊されて再配列することは十分に考えられる。たとえば、クリープ負荷中に形成されたセル壁などの障害に止められていた転位が、その後の圧縮負荷や疲労による塑性変形の挿入によって、動くことができるようになるであろう。このようなひずみ駆動による動的回復と同時に、高い変動応力のもとで転位が増殖され、セル内の可動転位密度が増加することによって、クリープ・疲労の重畳波形では

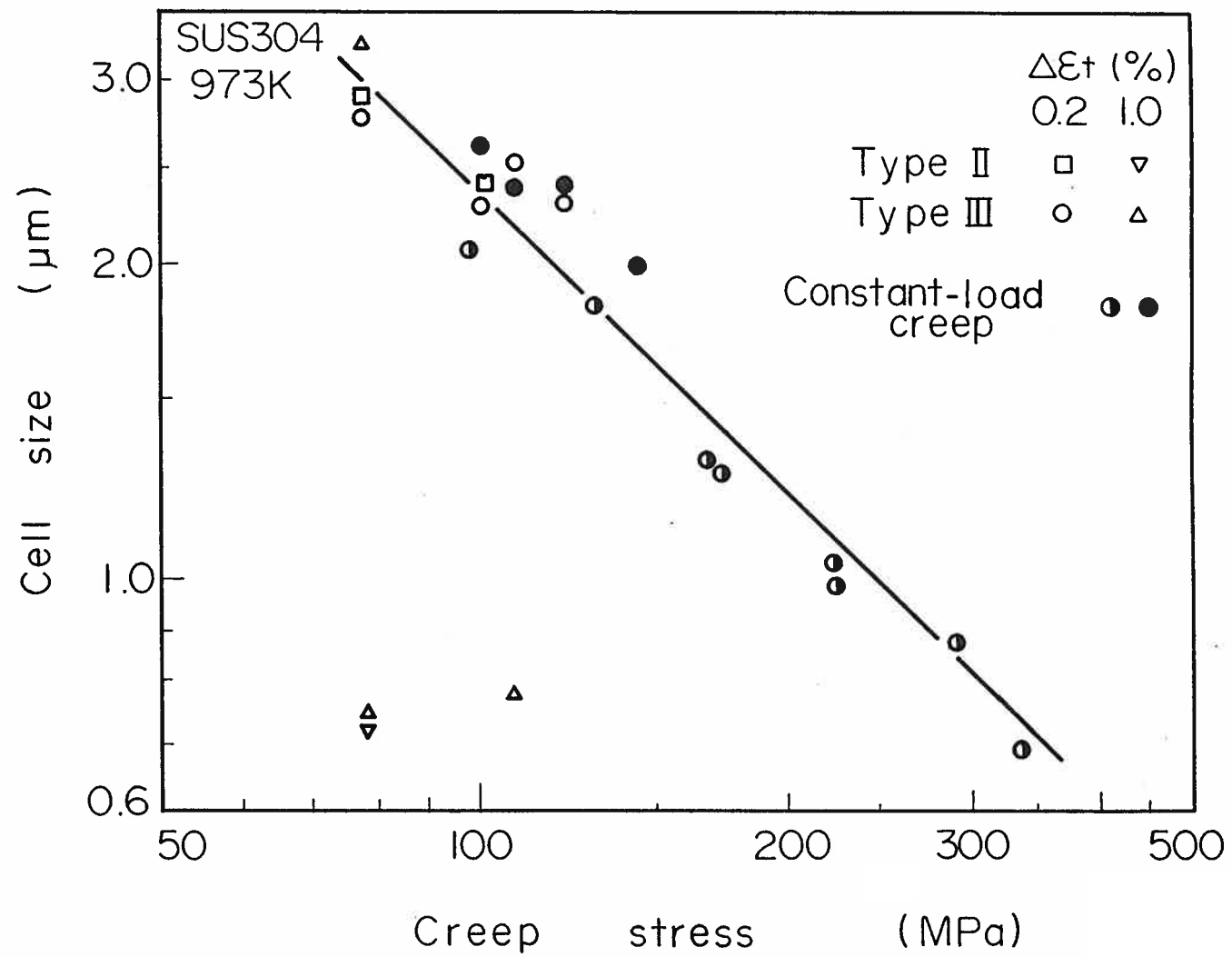


図4-9 定荷重クリープ試験とクリープ・疲労の重畳試験によって破断した試料のセル寸法とクリープ応力の関係

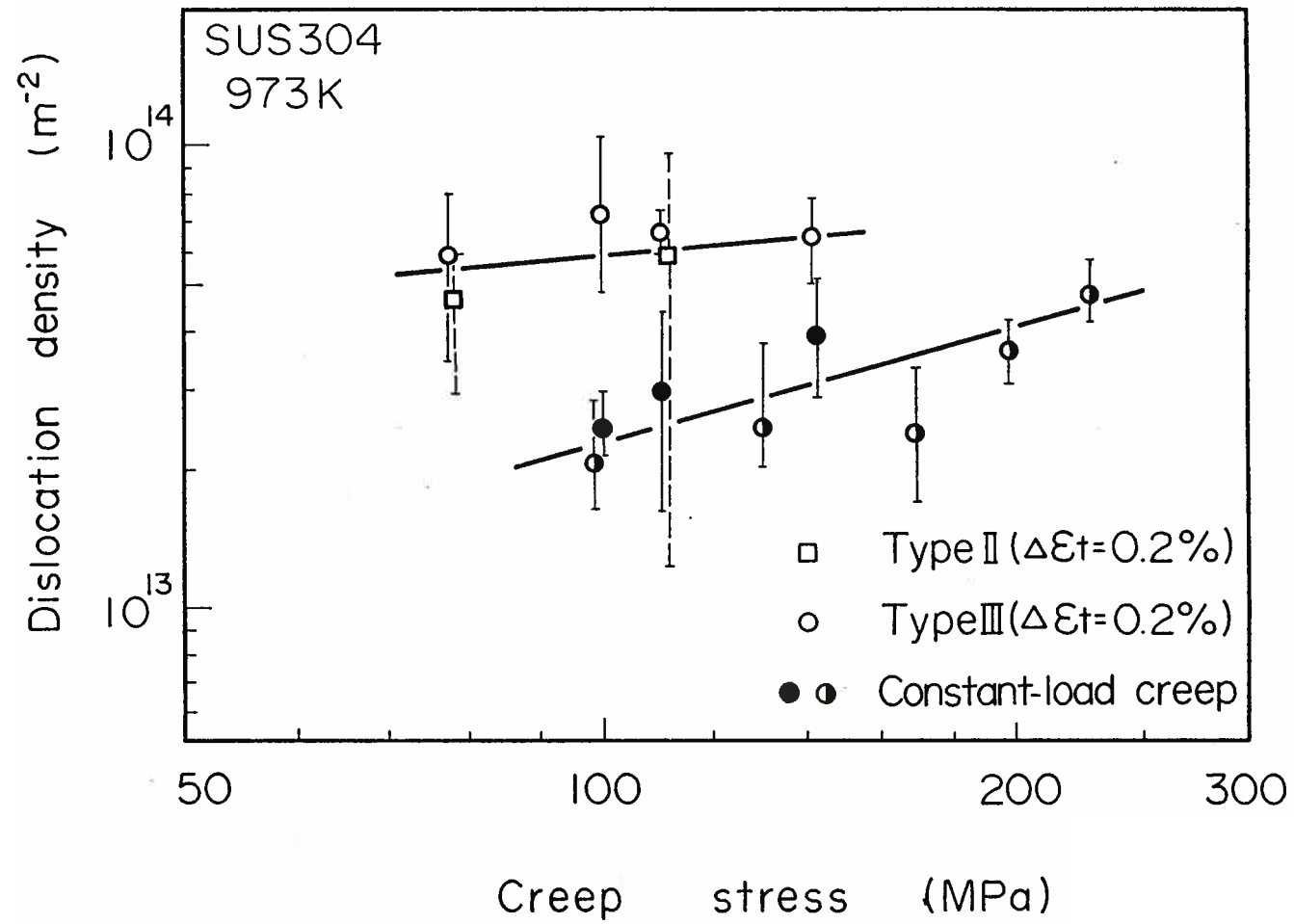


図4-10 定過重クリープ試験とクリープ・疲労の重畳試験によって破断した試料のセル内の転位密度とクリープ応力の関係

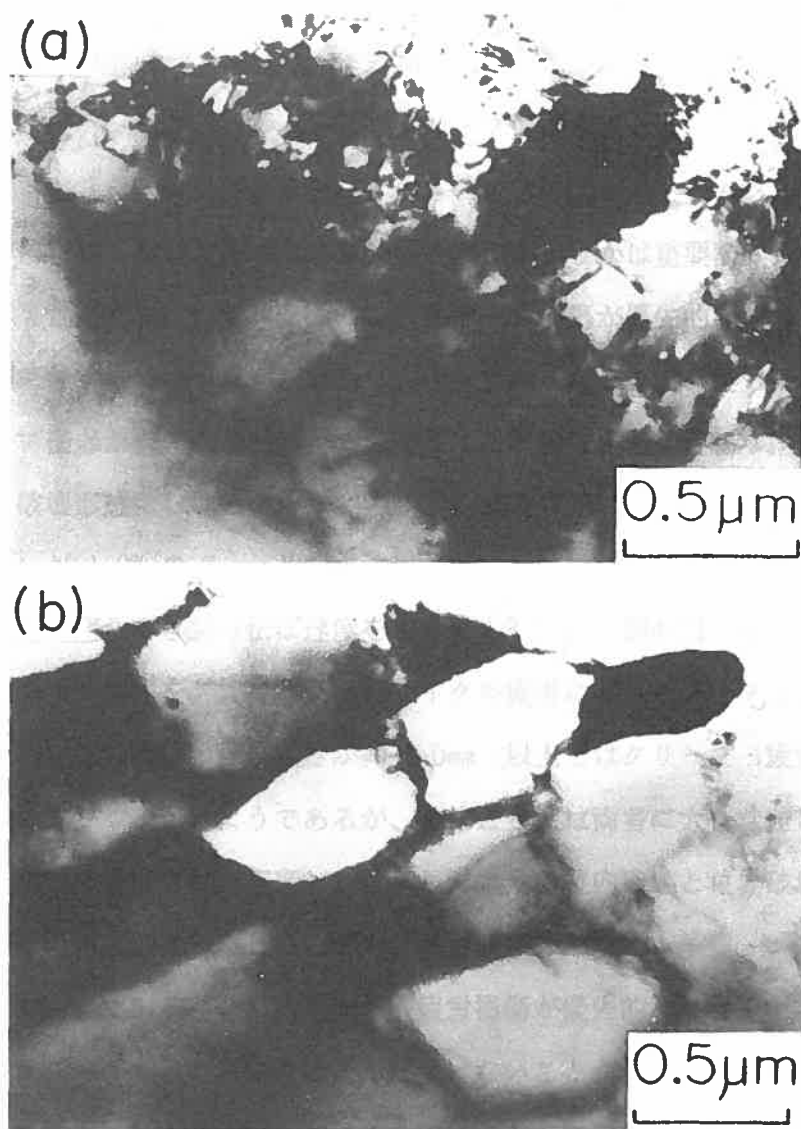


写真4-5 転位組織の一例 (a) Type II ($\sigma = 77\text{MPa}$ 、 $\Delta \epsilon_t = 1.0\%$)
(b) 高温低サイクル疲労 ($\Delta \epsilon_t = 1.0\%$)

クリープ応力再負荷後に遷移クリープが生じるとともに、定常クリープ速度が増加したと考えられる。

4-4-2 破壊におけるクリープ・疲労の相互作用

$\Delta \varepsilon_t$ が 0.2% の Type II、III の波形ではクリープ損傷が大きく、一方、 $\Delta \varepsilon_t$ が 1.0% の Type II、III の波形では疲労損傷が大きい。このように、どちらか一方の損傷が優先的に生じる場合に、累積損傷の考え方が成り立つかどうかは重要な問題である [7]。本研究においても、図4-6 に示したように、クリープ損傷が優先的な条件下では長時間側で線形損傷則に基づく寿命予測が危険側に大きくずれる。そこで、疲労損傷が優先的な波形と、クリープ損傷が優先的な波形で損傷を受けた試料のさらに詳細な組織観察の結果をもとにして、破壊形態におけるクリープ・疲労の相互作用について考察した。

はじめに、 $\Delta \varepsilon_t$ が 1.0% の Type II の波形で破断した試料の破面を観察し、ストライエーション間隔を測定してき裂の伝ば速度を求めた [3]。図4-11 にストライエーション間隔とき裂長さの関係を、純粋な高温低サイクル疲労におけるデータとともに示した。ストライエーション間隔は、き裂長さが約 1.0mm 以上ではクリープ・疲労の重畳波形を負荷した場合の方がやや広いようであるが、全体としては両者に大きな差はない。き裂長さが 1.0mm 以上の領域では、写真4-4 に示したように粒内破壊と粒界破壊が混在していた。このような混合破壊様式のところでも、疲労期のストライエーション間隔は純粋な疲労の場合とほぼ同じである。この結果から、疲労損傷が優先的な条件下では、疲労期のき裂伝ば速度はクリープ負荷の影響をほとんど受けないことがわかる。

クリープ・疲労の重畳条件下のき裂伝ば試験は現在さかんに行われており、き裂伝ばに関してはクリープと疲労の相互作用は小さく、累積損傷の考え方が適用できるという報告が多い [21,22]。本研究の結果もそれらの報告とほぼ同じ結果になった。したがって、 $\Delta \varepsilon_t$ が 1.0% の Type II、III の波形において寿命予測の結果が良好であったのは、損傷の大部分が挿入された疲労によるもので、その疲労損傷にクリープ負荷がほとんど影響しないためと考えられる。

つぎに、おもにクリープ損傷が生じる、 $\Delta \varepsilon_t$ が 0.2% の Type II の波形を用い、r 型空洞の発生状況について調べた。そして、破断寿命がほぼ同じ定荷重クリープ試験の

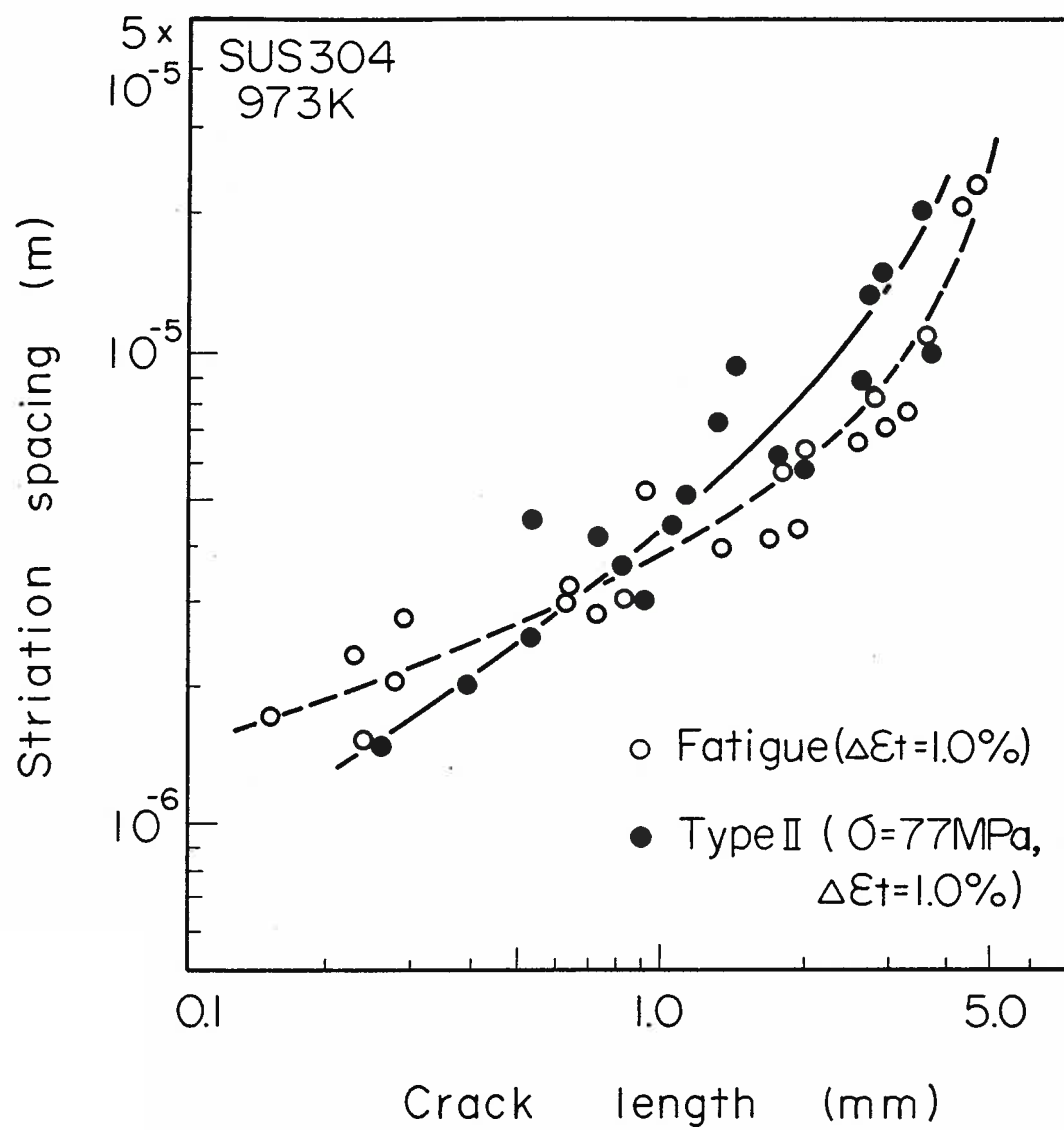


図4-11 疲労損傷が支配的なクリープ・疲労重畳試験と高温低サイクル疲労試験における
き裂長さとストライエーション間隔の関係

場合と比較して、クリープ・疲労の相互作用について検討した。図4-12 に破断寿命の約 60%、約 70% および破断後の試料に発生した r 型空洞数の分布状況を示した。クリープ・疲労の重畳波形を負荷した試料において、r 型空洞の発生数は破面（あるいは、くびれ部）から遠いところでやや多く、また試料全体にはほぼ均一に生じている。定荷重クリープ試験片ではくびれが生じ、その領域で r 型空洞は多く発生している。r 型空洞の発生点としては結晶粒界の段、濡れ性の悪い粒子、すべり帯によって生じた結晶粒界の凹凸などが考えられる [22]。すべり帯によって生じる段には、引張変形によって生じるものと圧縮変形によって生じるものがあるが、その両者が r 型空洞の発生源として働く [24]。したがって、本研究の場合には、大きな塑性変形が生じるクリープ・疲労の重畳波形においてより多くの段が生じ、その結果、多くの r 型空洞が発生したと思われる。しかし、図4-12 に示した結果からは両者の差はあまり大きなものではなく、r 型空洞の発生時期に関してもそれほど大きな差はないと思われる。

r 型空洞の発生数などは破断延性に影響を与えることが考えられる [4]。また、クリープ・疲労重畳条件下の長時間側の破断寿命に対し、線形損傷則などに基づく寿命予測が危険側にずれる原因として、r 型空洞の発生による破断延性の低下 [7] がしばしば指摘されている。図4-13 に $\Delta \epsilon_t$ が 0.2% の Type III の波形を負荷して破断した試料の破断伸びを、定荷重クリープの場合と比較して示した。Type III の波形は累積ひずみが生じるクリープ・疲労の重畳波形であり、図4-6 において、長時間側の予測寿命値が危険側にずれたものである。破断伸びは、クリープ・疲労の重畳波形では定荷重クリープの場合よりも多少低いが、両者の間には顕著な差は生じていないことがわかる。

以上の結果から、本研究における低サイクル疲労あるいは 1500h 程度までの破断寿命をもつ短時間クリープの条件下では、破壊形態にはクリープ・疲労の相互作用はあまり現れないことがわかる。すなわち、おもに疲労き裂が伝ばして破断に至る条件下では、クリープ損傷を挿入してもき裂伝ば速度はわずかに変化する程度であり、また、クリープ損傷が支配的な条件下では、疲労などを挿入しても r 型空洞数の増加や破断伸びの低下の割合は小さい。したがって、図4-6 において予測寿命値が長時間側で実験値よりも長くなったおもな原因は、r 型空洞の発生などに伴う破断延性の低下によるのではない

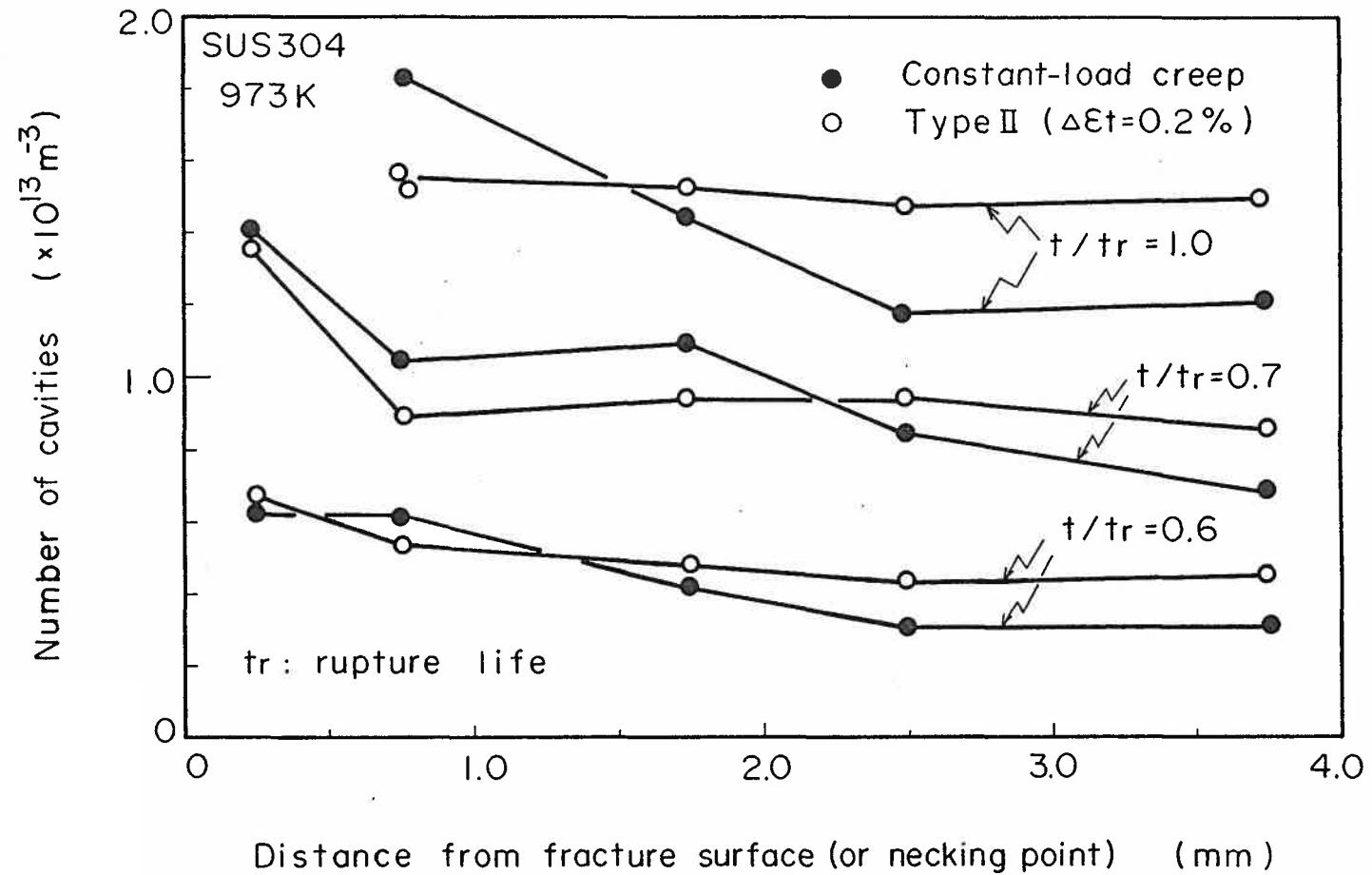


図4-12 定荷重クリープと Type II 重畳波形負荷によって発生した r 型空洞数と破面（くびれ部）からの距離の関係

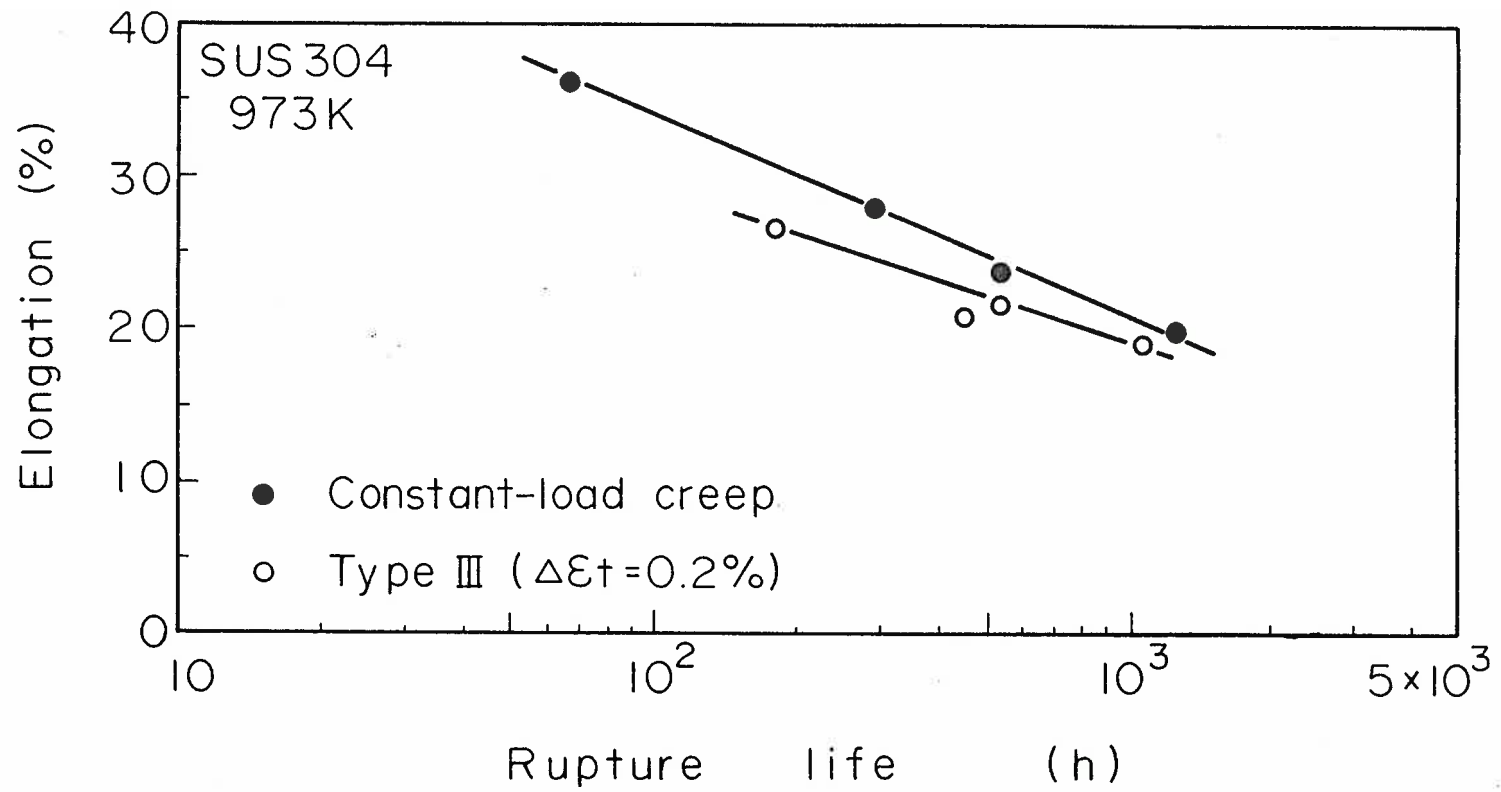


図4-13 定荷重クリープ試験とクリープ・疲労重畳試験において破断した試料の破断伸び
と破断寿命の関係

と考えられる。

4-4-3 クリープ損傷評価について

図4-6 に示したように、線形損傷則による寿命予測結果は長時間側で危険側になった。しかし、4-4-2 項で述べたように、危険側の予測となった重畳条件下においても、破壊形態に大きな変化はみられなかった。したがって、4-3-1 項で述べた、疲労などの挿入に伴う遷移クリープの発生や定常クリープ速度の加速などの変形挙動の変化が、寿命予測に影響して予測値が危険側になったと思われる。

図4-14に、定荷重クリープ試験と繰返し応力クリープ試験 (Type I) における破断寿命と定常クリープ速度の関係を示した。両方の試験結果は次式で表される一本の直線ではほぼ近似できる。

$$\dot{\epsilon}_s^{0.88} \times t_r = 0.29 \quad (4-6)$$

すなわち、クリープひずみが軸方向に蓄積しない両振応力の繰返し応力クリープ、および定荷重クリープ試験における定常クリープ速度と破断寿命の間には、上式のような Monkman - Grant の関係 [3] が成り立つ。Monkman - Grant の関係は多くの鋼の定荷重クリープ試験において成立することが確かめられ [13]、通常のクリープ応力-破断時間曲線よりも実験結果のばらつきが少ないことが知られている [3,13]。

Monkman - Grant の関係を用いると、クリープ・疲労重畳下で挿入された疲労負荷などによって、クリープ速度が加速される効果を考慮できる可能性がある。そこで、(4-1) 式において、破断寿命 t_r を(4-6) 式から求めて線形損傷則による寿命予測を行った。図4-15に予測寿命値と実験値の比較を示した。この方法によると、疲労挿入などによってクリープ速度が加速されて破断寿命が短くなる現象が考慮され、図4-6 の結果とは異なって長時間側でも良好な寿命予測の結果を与えることがわかる。

ひずみ範囲分割法による寿命予測においても、この Monkman - Grant の関係を用いて寿命予測を試みた。すなわち、 $\Delta \epsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係としては、(4-6) 式をもとにして、本研究で行った試験条件より、

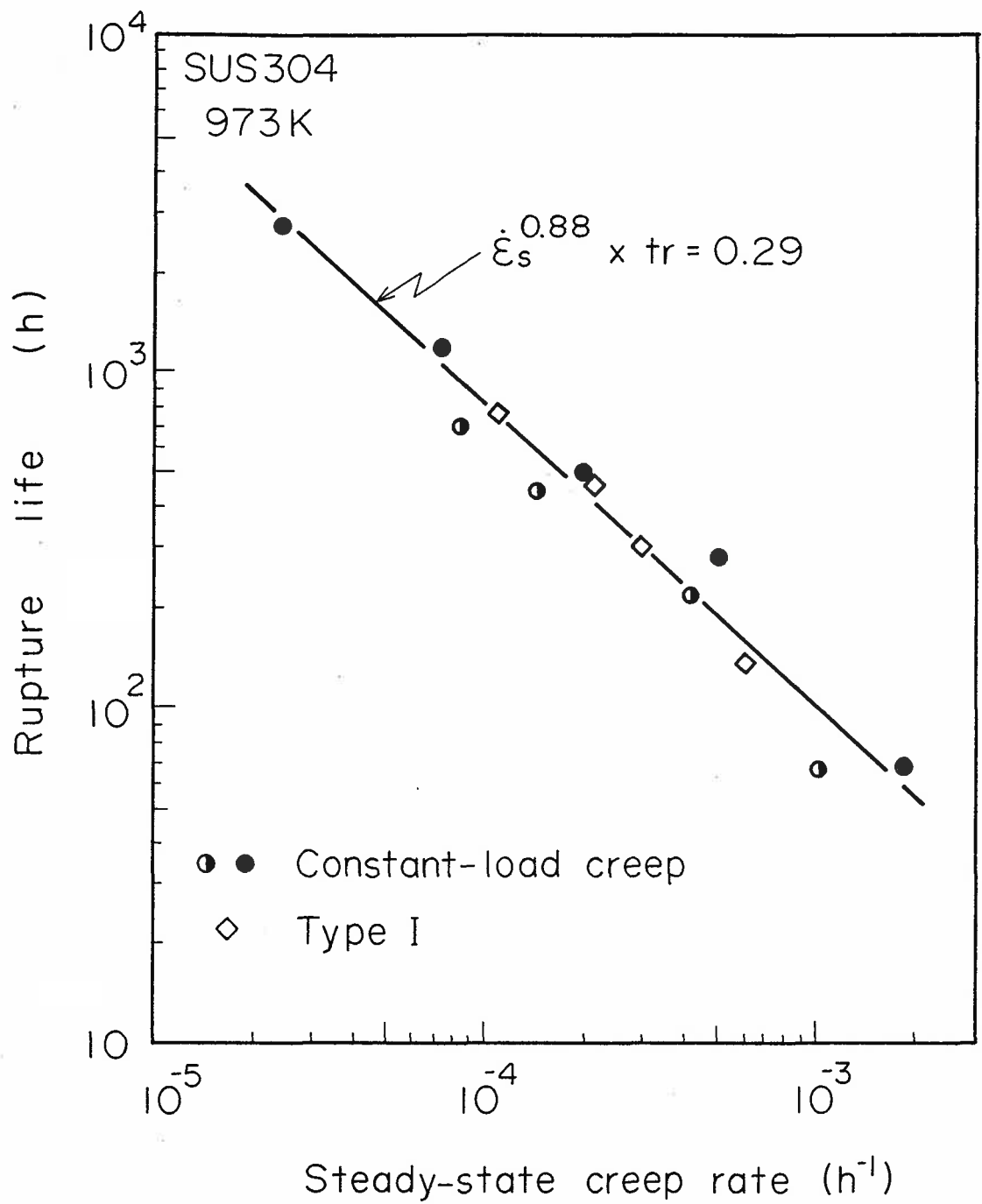


図4-14 定荷重クリープ試験と繰返し応力クリープ試験 (Type I) における定常クリープ速度と破断寿命の関係

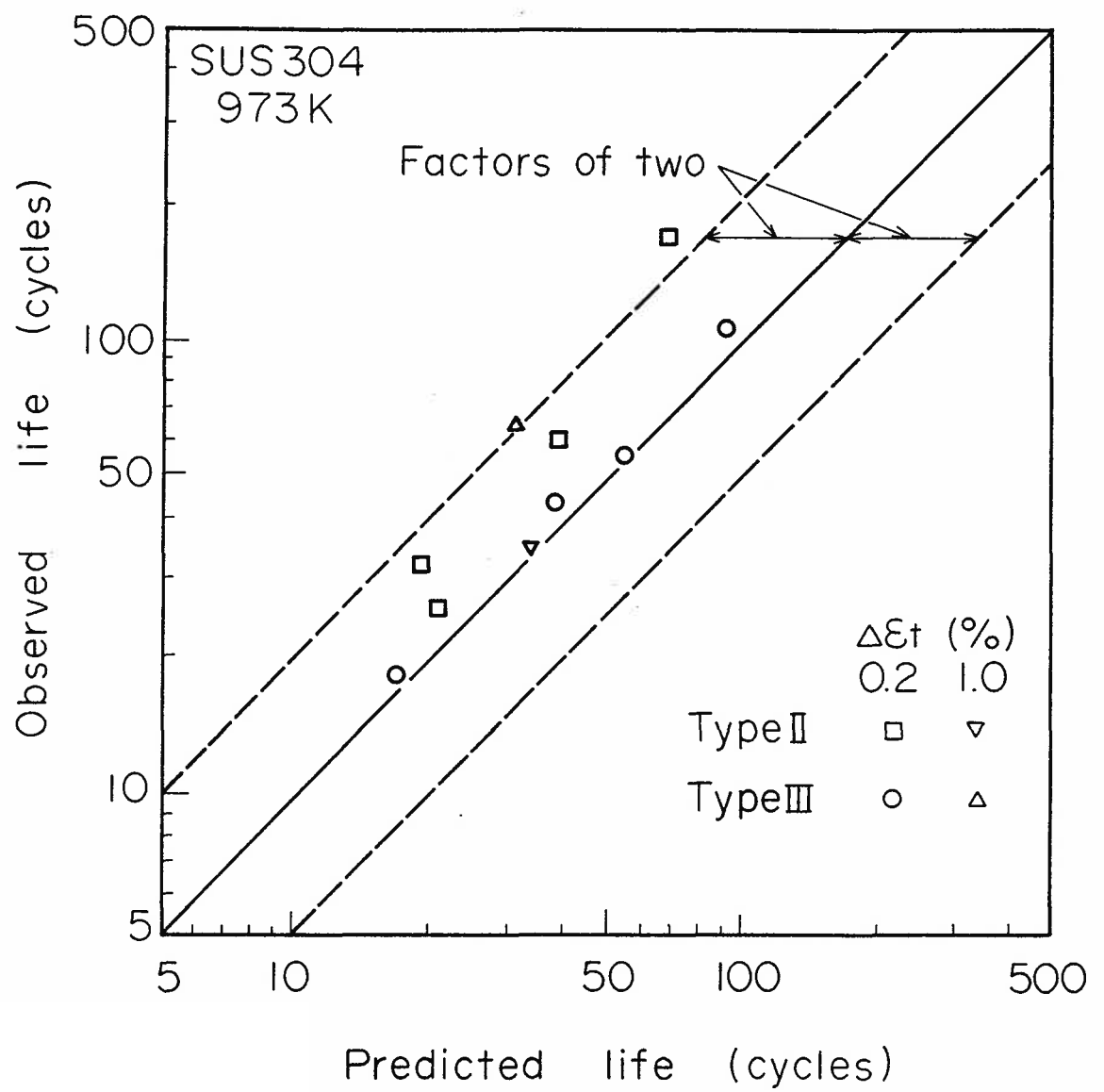


図4-15 定常クリープ速度と破断寿命の關係を用いて行った線形損傷則による寿命予測の結果

$$\dot{\epsilon}_s = \Delta \epsilon_{cp} / 10, \quad t_r = N_{cp} \times 10 \quad (4-7)$$

の関係より、

$$N_{cp} = 0.22 \times \Delta \epsilon_{cp}^{-0.88} \quad (4-8)$$

を求めた。ここでは、繰返し応力クリープを、クリープが支配的な挙動を示す疲労と仮定する。これは、クリープと疲労を関連づける考え方のひとつであるが [13]、定荷重クリープ試験で得られる破断寿命と定常クリープ速度の関係が両振応力の繰返し応力クリープにおいても成立するかについては確認されていなかったこともあり、この手法をクリープ・疲労条件下の寿命予測に適用した例はない。図4-16 に(4-8)式を用いたひずみ範囲分割法による寿命予測の結果を示した。図4-8 に示した寿命予測結果よりもばらつきが小さく、また、すべての予測値が安全側にあり、良好な予測結果が得られる。

Monkman - Grant の関係をもとにしたこれらの寿命予測の結果は、クリープ・疲労の重畳条件下でも、クリープ損傷と定常クリープ速度の間には良い相関があることを示している。クリープ破壊は粒界三重点でのくさび型き裂の発生・成長、あるいは結晶粒界上の不規則部分からの r 型空洞の発生・成長などによって生じる [3,23]。そして、このくさび型き裂や r 型空洞の発生には粒界すべりが重要な役割を演じていることが知られている [3,23]。クリープ変形量と粒界すべりの間には密接な関係があると考えられるが [25]、疲労挿入によってクリープ速度が増加すれば、それに伴って粒界すべり量も増し、クリープ損傷も大きく生じると考えられる。これらのことから、生じたひずみ成分に着目して損傷を評価するひずみ範囲分割法の考え方は、クリープ・疲労の重畳条件下の強度評価法としても有望であると考えられる。しかし、同じ $\Delta \epsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係でも短時間試験と長時間試験では特性が異なる点、同じ $\Delta \epsilon_{cp}$ で表示される非弾性ひずみ範囲であっても、結晶粒内の変形量と粒界すべり量の割合が異なる可能性がある点、および、遷移クリープ変形に伴うクリープ損傷の評価などの問題点も残されており [13]、ひずみ範囲分割法を材料の強度評価に応用する場合には注意が必要である。

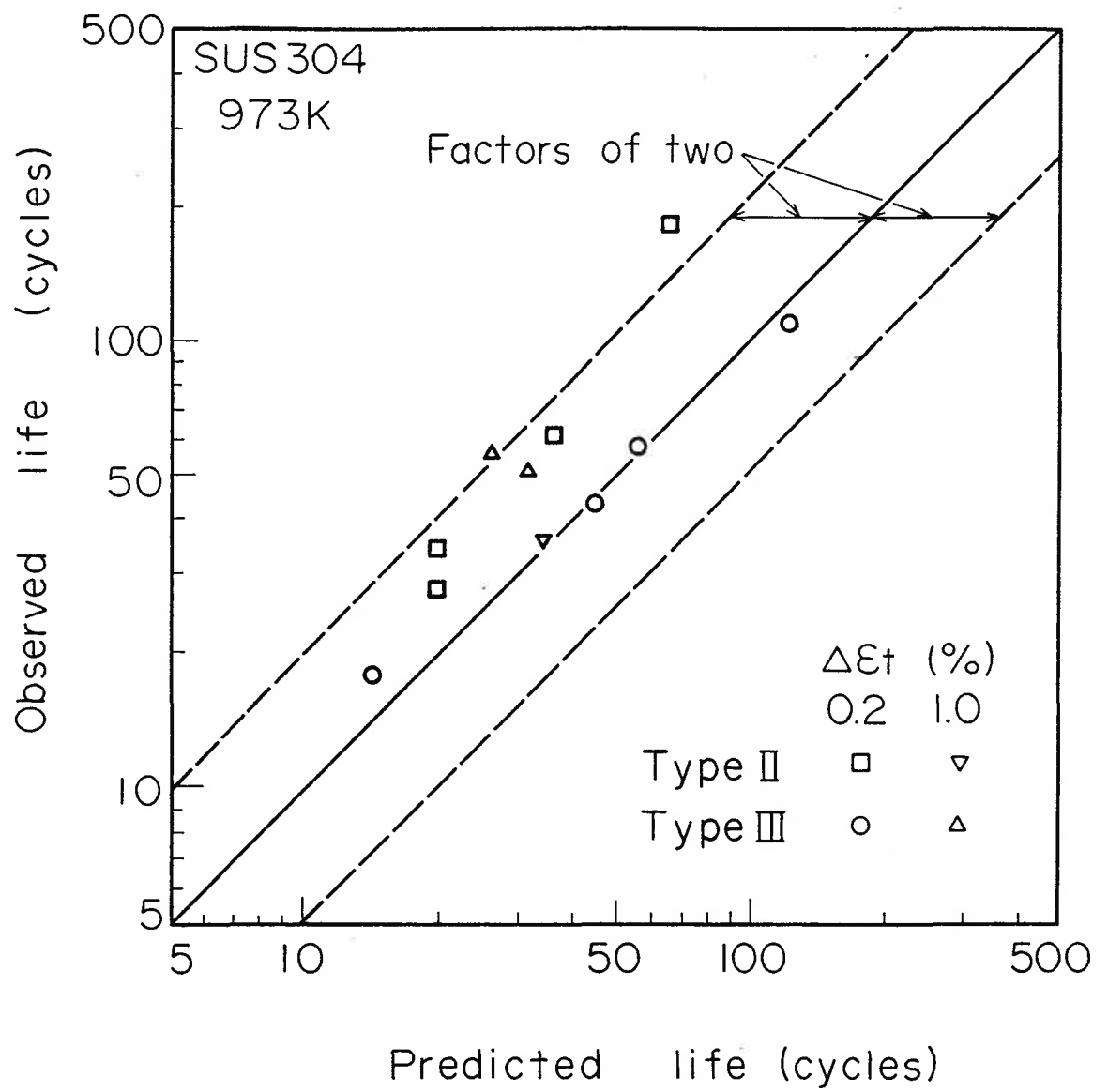


図4-16 (4-8) 式を用いたひずみ範囲分割法による寿命予測の結果

4-5 小括

SUS304 鋼を用いて、973K 大気中でクリープ・疲労の重畳波形を用いた疲労試験、および両振応力の繰返し応力クリープ破断試験を行った。そして、クリープ・疲労の重畳条件下における変形挙動と破壊形態について検討した。また、線形損傷則とひずみ範囲分割法による寿命予測を行い、クリープ・疲労条件下の損傷評価法について検討した。得られた結果を以下に要約する。

(1) 両振応力の繰返し応力クリープとクリープ・疲労の重畳波形においては、クリープ応力再負荷後に遷移クリープの変形量や定常クリープ速度が増加した。すなわち、クリープ変形挙動にはクリープ・疲労の相互作用が現れることがわかった。これは、クリープ負荷の途中に挿入した疲労などによる塑性変形によって、結晶粒内の転位が再配列したり増殖することに関係がある。

(2) クリープ・疲労の重畳波形において疲労損傷が支配的な場合は、試料表面から発生したき裂が伝ばして試験片の破断に至った。このき裂の伝ば速度にクリープ負荷の影響はほとんど現れなかった。また、クリープ損傷が支配的な場合は、結晶粒界に生じた粒界三重点き裂や r 型空洞が合体して破断に至ったが、この r 型空洞の発生や破断伸びに疲労負荷の影響はほとんどなかった。したがって、低サイクル疲労や 1500 h 程度のクリープ破断寿命の条件下では、クリープ・疲労の相互作用は破壊形態にはほとんど現れないことがわかった。

(3) 繰返し応力クリープ試験における定常クリープ速度と破断寿命の間には、定荷重クリープ試験の場合と同様の Monkman - Grant の関係が成り立つ。また、この関係をもとにして、クリープ・疲労の重畳波形におけるクリープ損傷を評価したところ、線形損傷則とひずみ範囲分割法に基づく寿命予測はともに良好な結果を与えた。したがって、クリープ・疲労の重畳波形においても定常クリープひずみとクリープ損傷の間には良い相関があると考えられる。

参考文献

- (1) 中村宏, 垣成利康, 皆田日出男, 掘川武: 機械の研究, 29(1977), p.325
- (2) R.M.Curran and B.M.Wundt: ASME-MPC-3, (1976), p.203
- (3) たとえば, 平修二, 大谷隆一: 材料の高温強度, (1980), p.241 [オーム社]
- (4) 八木晃一, 久保清, 田中千秋: 材料, 28(1979), p.400
- (5) H.Fujita, H.Iizuka and M.Tanaka: Proc. 24' th Jpn. Cong. on Mater. Res., (1981), p.62
- (6) 中村宏, 皆田日出男: 機械の研究, 28(1976), p.1013
- (7) 八木晃一, 久保千秋: 材料, 29(1980), p.928
- (8) S.S.Manson: ASME STP 520, (1973), p.744
- (9) G.R.Halford, M.H.Hirschberg and S.S.Manson: ASTM STP 520, (1973), p.685
- (10) 日本鉄鋼協会高温強度研究委員会: ひずみ範囲分割法による 18Cr-8Ni 鋼の高温低サイクル疲労特性の検討, (1981), p.209 [日本鉄鋼協会]
- (11) 日本材料学会高温強度部門委員会非弾性解析法調査作業グループ: 第23回高温強度シンポジウム前刷集, (1985), p.10
- (12) 朝田泰英: 第27回材料強度と破壊国内シンポジウム論文集, (1982), p.63
- (13) 大谷隆一: 鉄と鋼, 66(1980), p.2106
- (14) 平川賢爾, 時政勝行, 外山和男: 鉄と鋼, 65(1979), p.906
- (15) 飯塚博, 藤田春彦, 田中学: 学振123 委研究報告, 23(1982), p.321
- (16) 飯塚博, 藤田春彦, 田中学: 材料, 32(1983), p.1174
- (17) 大谷隆一: 日本金属学会報, 22(1983), p.190
- (18) D.K.Shety and M.Meshi: Met. Trans. A, 6A(1975), p.349
- (19) A.P.L.Turner and T.J.Martin: Met. Trans. A, 11A(1980), p.475
- (20) 田中学, 藤田春彦, 藤代大: 鉄と鋼, 69(1983), p.1320
- (21) 小寺沢良一, 岩田泰男: 材料, 24(1975), p.1114
- (22) 北村隆行, 大谷隆一: 第23回高温強度シンポジウム前刷集, (1985), p.112

- (23) 太田定男: 材料, 23(1974), p.174
- (24) T.Watanabe and W.Davis: Phill. Mag., 37(1978), p.649
- (25) F.Garofalo: 金属クリープの基礎 (足立訳), (1968), p.137 [丸善]

第5章 高温疲労強度への結晶粒形の影響

5-1 緒言

クリープ強度への結晶粒径の影響については、これまでに多くの研究が行われており [1-5]、析出物を多量に含む実用のオーステナイト耐熱鋼などにおいても、詳細な検討がなされている [5]。しかしながら、高温低サイクル疲労強度への結晶粒径の影響 [6,7] については、クリープ・疲労の重畳条件下の損傷を評価するのに適切な方法がなかった [8,9] こともあり、系統的な研究はほとんど行われていない。

クリープ・疲労重畳条件下における波形効果や温度効果などに関する系統的な研究としては、Manson らのひずみ範囲分割法による検討がよく知られている [10,11]。この方法は、任意の波形の疲労寿命を求めるために提案されたものであるが、クリープ・疲労の重畳条件下の繰返し変形の対称性、温度あるいは破壊形態などと疲労寿命との関係を明らかにするうえで、有効な手法であると期待されている [11-15]。そして、これまでに波形効果 [10,12,15] や温度効果 [11,12] のほかに、雰囲気 [9,13] や時効処理 [16] の影響などがこの手法によって検討されており、高温低サイクル疲労強度への結晶粒径の影響についても、この手法を用いて系統的に検討することができると思われる [17]。

そこで本研究では、結晶粒径を熱処理によって変えたオーステナイト系 SUS304 鋼を用いて高温低サイクル疲労試験を行い、繰返し変形挙動、破壊形態および疲労寿命への結晶粒径の影響を、ひずみ範囲分割法に基づいて検討した。さらに、破断後の試料の微細組織を観察して、疲労に伴う粒界近傍の組織変化におよぼす結晶粒径の影響などを調べた。

5-2 供試材および実験方法

供試材は市販のオーステナイト系 SUS304 ステンレス鋼であり、表5-1 にその化学成分を示した。これに表5-2 に示した熱処理を施し、 $40\mu\text{m}$ 、 $130\mu\text{m}$ および $400\mu\text{m}$ の結晶

表5-1 供試材の化学成分 (wt%)

Steel	C	Cr	Ni	Mn	Si	P	S	Fe
SUS304	0.07	18.63	8.40	1.54	0.59	0.033	0.008	bal.

表5-2 供試材の熱処理と結晶粒径および 973K における引張特性

Heat treatment	Average grain diameter (μm)	Tensile properties at 973K, $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$		
		Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
1373K \times 0.5h \rightarrow W.Q.	40	333	39.6	60.5
1423K \times 0.5h \rightarrow W.Q.	130	327	39.7	59.7
1573K \times 5 h \rightarrow W.Q.	400	321	32.6	40.3

W.Q. : water quenched

粒径の試料を得た。また、表5-2 には 973K で $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で行った引張試験の結果も示した。引張強度は三試料ともほぼ同じであったが、破断延性は $400 \mu\text{m}$ の結晶粒径をもつ試料で最も低くなった。写真5-1 にそれら三試料の溶体化処理後の光顕組織を示した。写真からわかるように、残留析出物がほとんどないオーステナイト単相の溶体化組織が得られた。また、各試料の結晶粒径はそれぞれほぼ均一であった。これらの試料から標点間距離 12mm 、直径 6mm のつば付の平滑試験片を作製した。

高温低サイクル疲労試験は、電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて、 973K 大気中にて行った。図5-1 に本研究で利用した四種類のひずみ波形を示した。図 5-1(a) はクリープの影響が無視できる、高速のひずみ速度 ($\dot{\epsilon}$ fast) で疲労試験を行うときの波形であり、以後高速—高速 (Fast-fast) 波形と呼ぶ。高速の変形は $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度 [15] で行った。図 5-1(b) は低速のひずみ速度 ($\dot{\epsilon}$ slow) で疲労試験を行うときの低速—低速 (Slow-slow) 波形である。この波形の疲労試験においては塑性ひずみのほかにクリープひずみが発生する。図 5-1(c) は引張行程を高速、圧縮行程を低速で行う高速—低速 (Fast-slow) 波形である。さらに、図 5-1(d) は引張行程を低速、圧縮行程を高速で行う低速—高速 (Slow-fast) 波形である。ひずみ範囲分割法に基づいて非弾性ひずみ範囲 $\Delta \epsilon_{in}$ を分割すると [10,15]、高速—高速波形では $\Delta \epsilon_{in} = \Delta \epsilon_{pp}$ 、低速—低速波形では $\Delta \epsilon_{in} = \Delta \epsilon_{pp} + \Delta \epsilon_{cc}$ 、高速—低速波形では $\Delta \epsilon_{in} = \Delta \epsilon_{pp} + \Delta \epsilon_{pc}$ 、さらに、低速—高速波形においては $\Delta \epsilon_{in} = \Delta \epsilon_{pp} + \Delta \epsilon_{cp}$ となる。ここで、分割された非弾性ひずみ範囲 $\Delta \epsilon_{ij}$ において、i は引張行程、j は圧縮行程のひずみ成分を示し、p は塑性ひずみ、c はクリープひずみを意味する。図5-2 に非弾性ひずみ範囲の分割方法を示した。ひずみ成分の分割は、繰返し変形の途中に一行程の高速変形を挿入し、その応力—ひずみ曲線をもとにして図式的に行った [15]。高速変形は $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で行い、引張行程開始点 (図中 A) から挿入した [15]。

破断後の試料を光顕、走査電顕および透過電顕を用いて観察した。透過電顕観察用の薄膜試料は、試料を約 0.2mm の厚さの薄片に切断したものを電解研磨して作製した。また、粒界三重点近傍に生じた再結晶組織や fold などは、50% 三酸化クロム水溶液を用いて電解腐食して観察した。

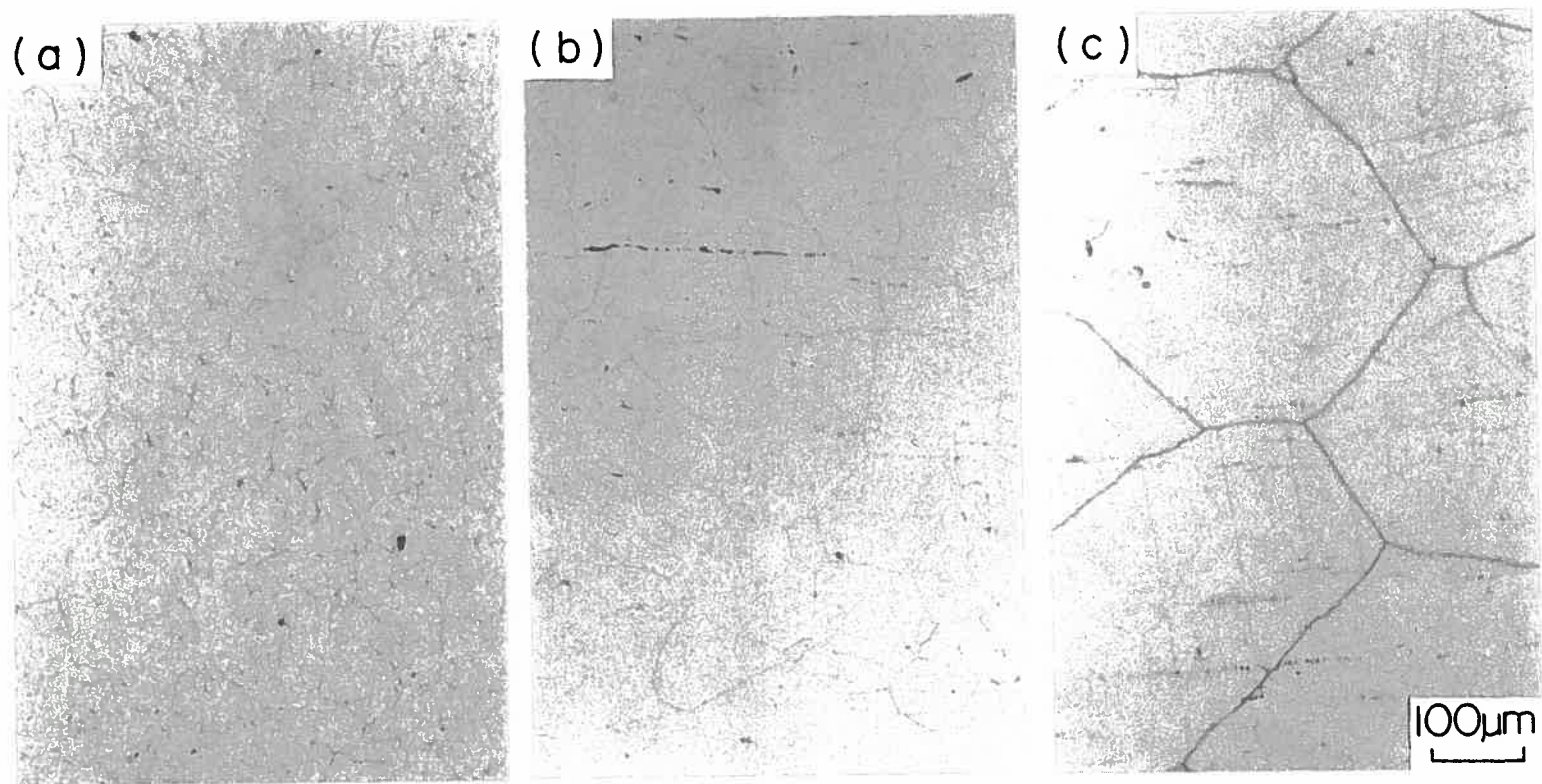
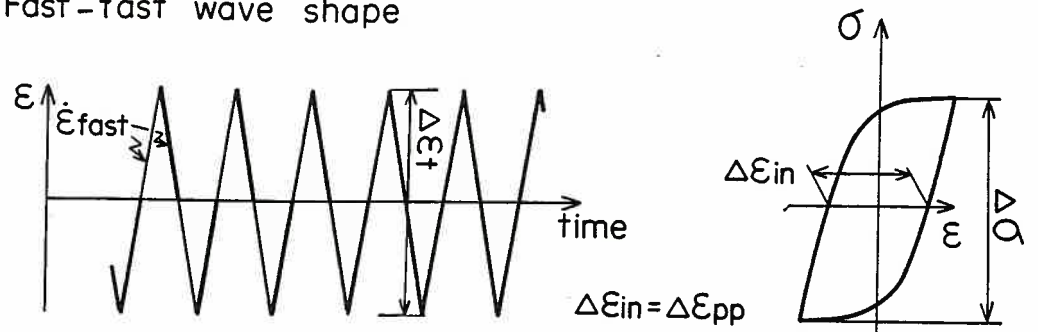
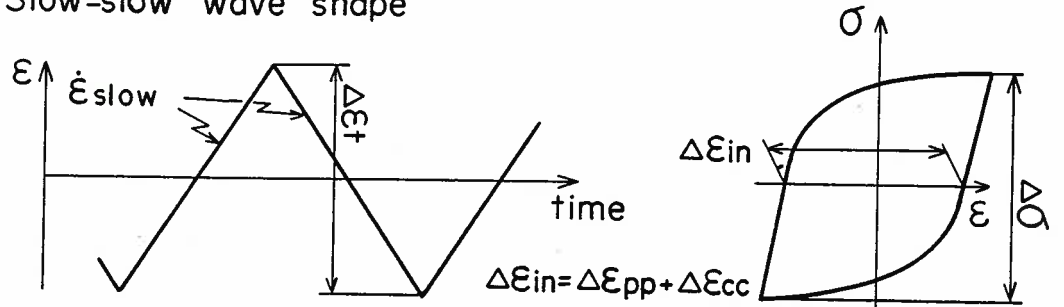


写真5-1 溶体化材の微細組織 (a) $D = 40 \mu\text{m}$
(b) $D = 130 \mu\text{m}$ (c) $D = 400 \mu\text{m}$

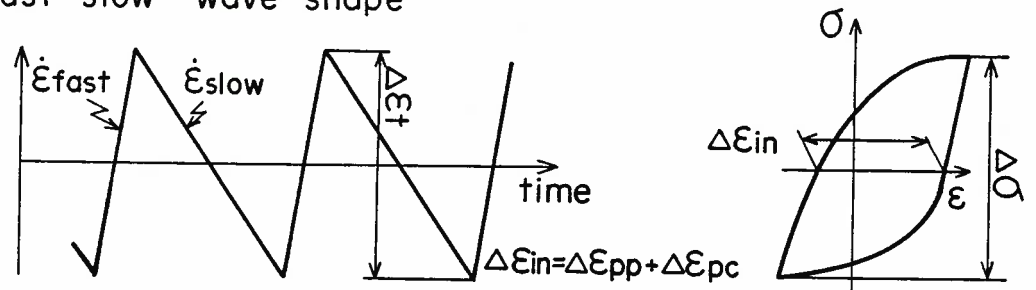
(a) Fast-fast wave shape



(b) Slow-slow wave shape



(c) Fast-slow wave shape



(d) Slow-fast wave shape

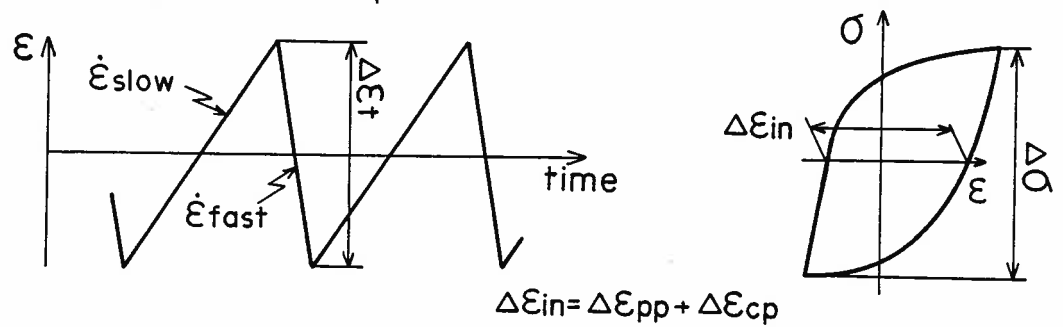


図5-1 試験に用いたひずみ波形およびそのヒステリシスループと発生する非弾性ひずみ範囲成分

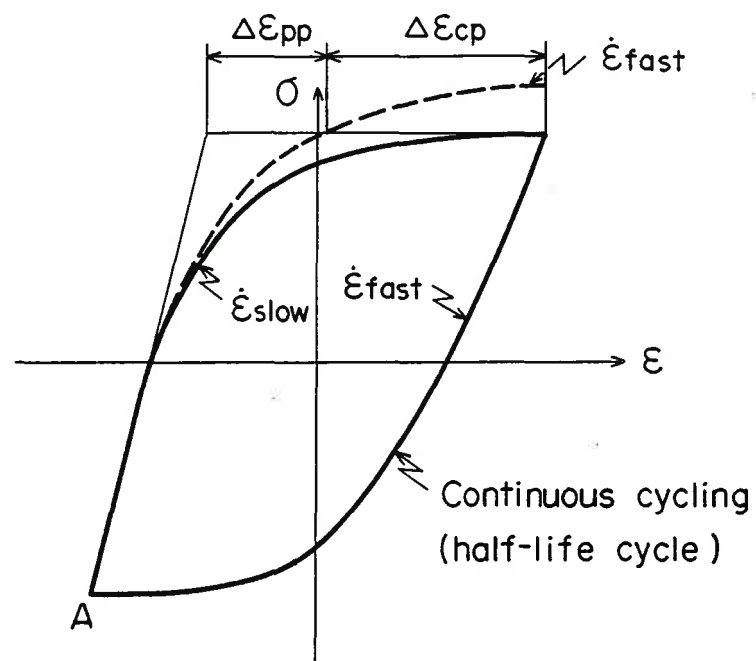


図5-2 非弾性ひずみ範囲の分割法（低速—高速波形の場合）

5-3 実験結果

5-3-1 疲労寿命の結晶粒径依存性

図5-3 に各波形における疲労寿命のひずみ速度依存性への結晶粒径の影響を示した。高速—低速波形においては結晶粒径が約 $40\ \mu\text{m}$ の試料で疲労寿命は最も長くなる。また、この波形では疲労寿命のひずみ速度依存性は小さく、ひずみ速度が低下しても疲労寿命はほとんど変化しない。一方、低速—低速波形においては、結晶粒径は疲労寿命に大きく影響する。ひずみ速度が 10^{-2}s^{-1} から 10^{-5}s^{-1} まで低下するに伴って、疲労寿命は結晶粒径が約 $40\ \mu\text{m}$ の試料では約 $1/4$ に減少した。これに対して、結晶粒径が約 $400\ \mu\text{m}$ の試料では約 $1/10$ に減少した。このように、結晶粒径の大きな試料で疲労寿命の減少が著しい。低速—高速波形においても疲労寿命は引張変形のひずみ速度の低下に伴って大きく減少し、結晶粒径の小さい試料でも寿命の減少は著しいが、この場合にも、結晶粒径が小さいほど疲労寿命は長くなる。

つぎに、各波形においてひずみ速度をそれぞれ一定にして、ひずみ範囲を変えたときの疲労寿命への結晶粒径の影響を調べた。図 5-4 に低速—低速および低速—高速波形における $\Delta\epsilon_{\text{in}}$ と疲労寿命の関係を示した。両波形における疲労寿命は結晶粒径に大きく依存し、結晶粒径の小さい試料ほど疲労寿命は長くなる。図 5-5 に高速—高速および高速—低速波形における $\Delta\epsilon_{\text{in}}$ と疲労寿命の関係を示した。これらの波形における疲労寿命は結晶粒径によってほとんど影響されず、三試料ともほぼ同じ寿命を示す。また、高速—高速波形における $\Delta\epsilon_{\text{in}}$ と疲労寿命の関係は高速—低速波形におけるそれとほぼ同じである。図 5-6 に全ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_{\text{t}}$ とそれによって生じた非弾性ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_{\text{in}}$ の関係を示した。図のように、 $\Delta\epsilon_{\text{in}}$ の結晶粒径依存性はあまり大きくないが、 $\Delta\epsilon_{\text{in}}$ には低速—高速波形においては結晶粒径が約 $400\ \mu\text{m}$ の試料でやや大きく、また、高速—低速波形では、結晶粒径が約 $40\ \mu\text{m}$ の試料でやや小さく生じる傾向がある。

高温条件下では、回復の効果などによって、同一のひずみ振幅に対する応力振幅は室温におけるよりも低下する [15]。図 5-7 に全ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_{\text{t}}$ と生じた応力振幅の関係への結晶粒径の影響を示した。両者の関係は各波形ではほぼ一定であり、結晶粒径の影響

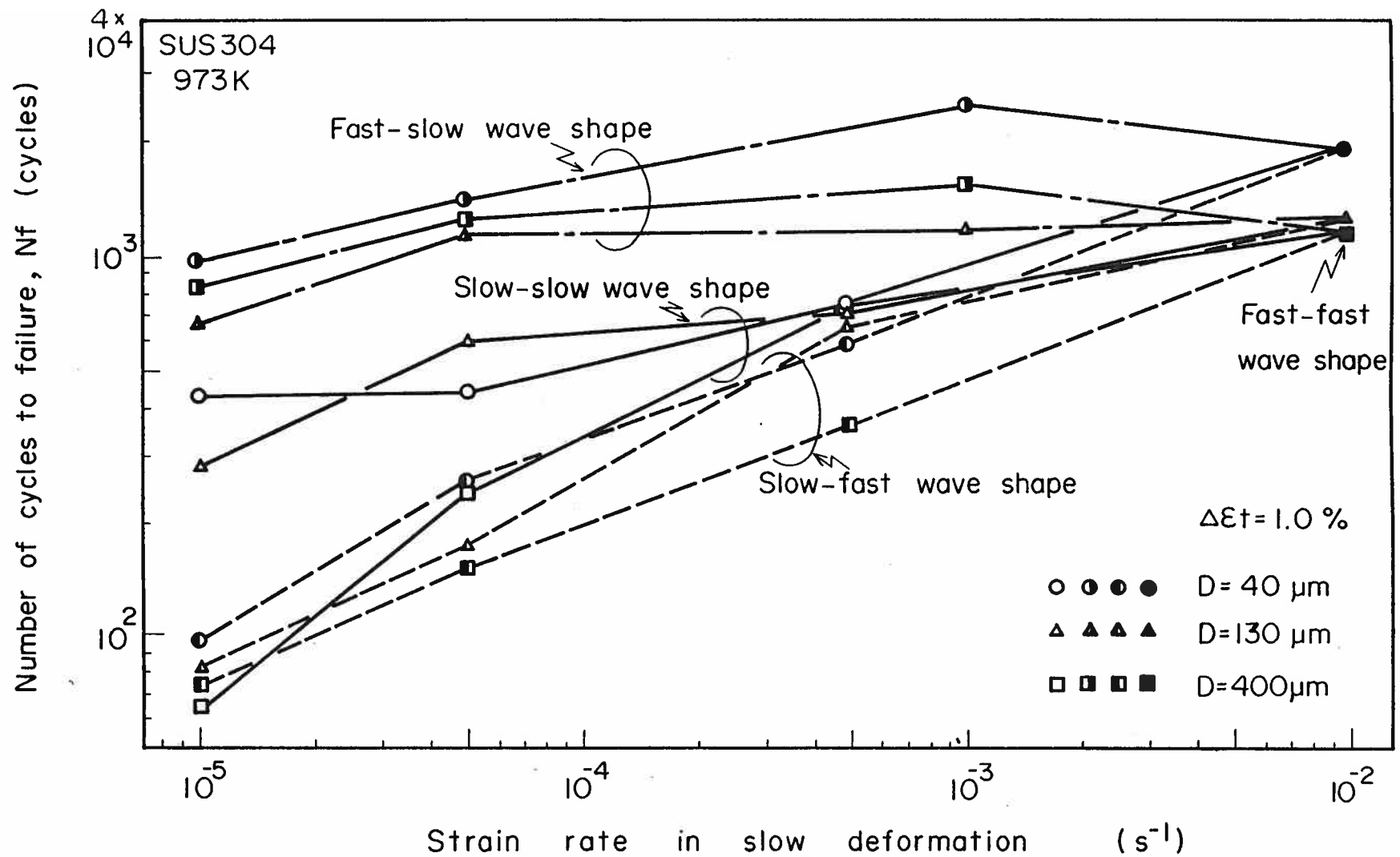


図5-3 疲労寿命のひずみ速度依存性への結晶粒径の影響

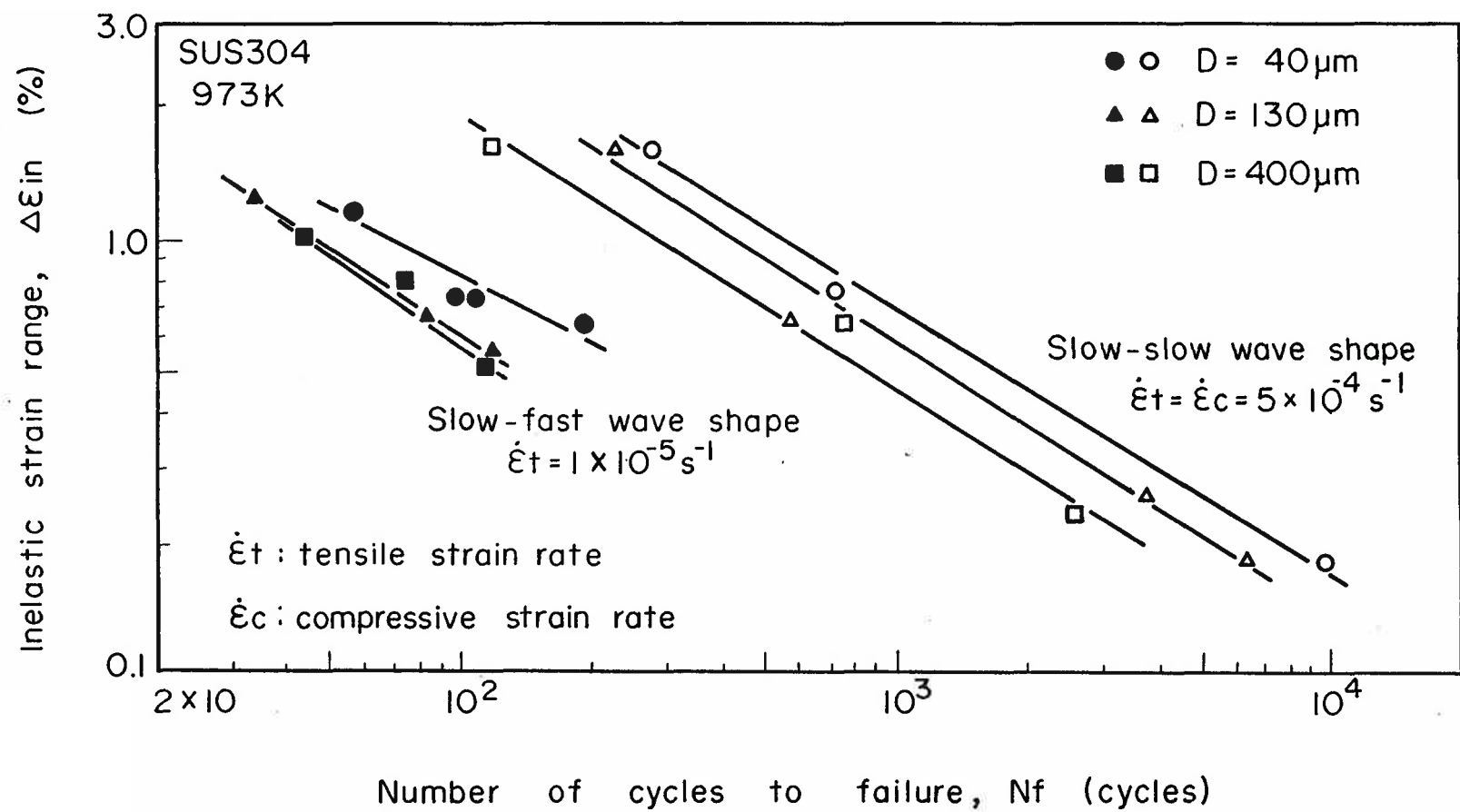


図5-4 低速—低速および低速—高速波形における非弾性ひずみ範囲 ($\Delta \epsilon_{in}$) と破断寿命の関係への結晶粒径の影響

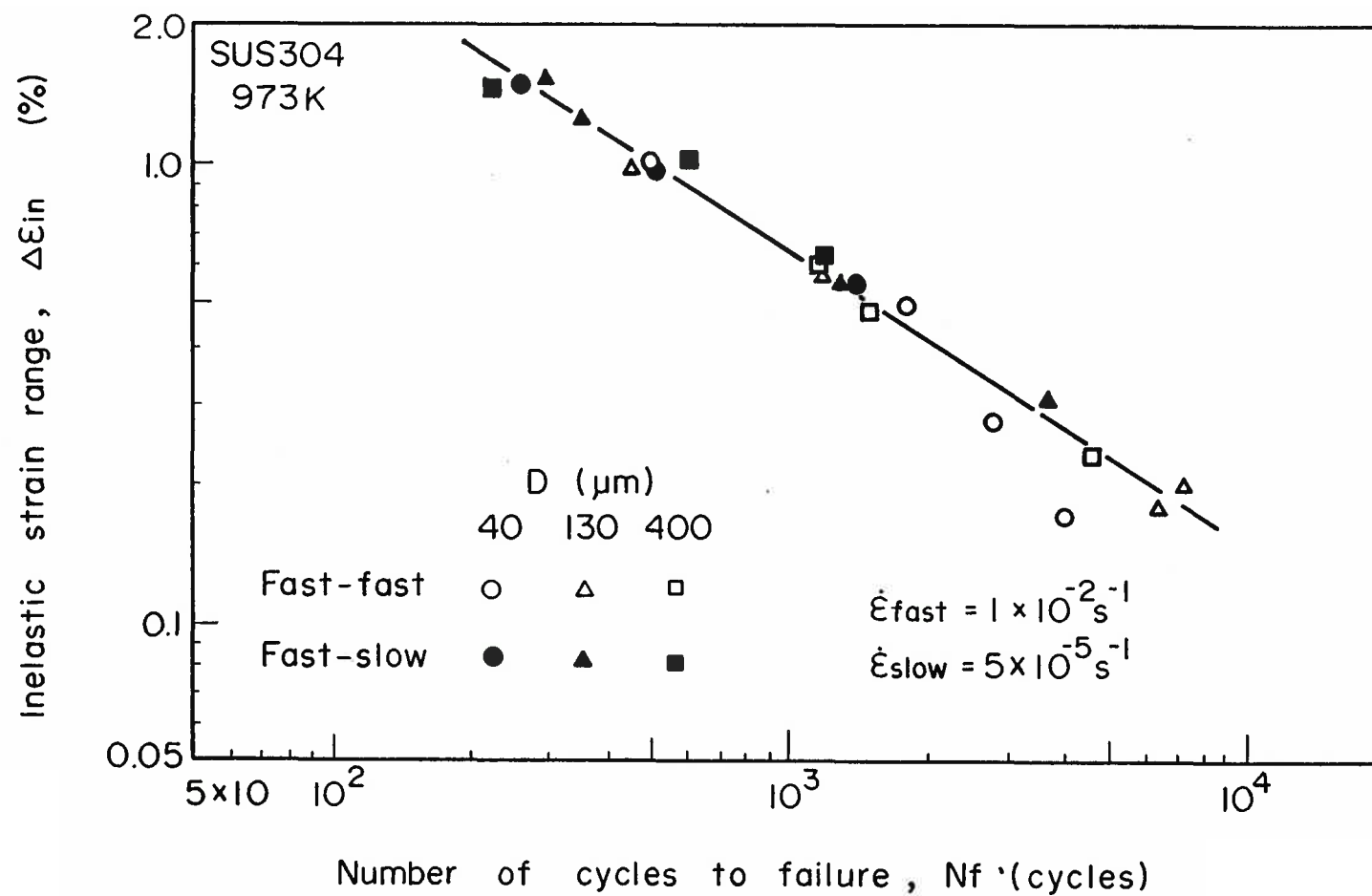


図5-5 高速—高速および高速—低速波形における非弾性ひずみ範囲 ($\Delta\epsilon_{in}$) と破断寿命の関係への結晶粒径の影響

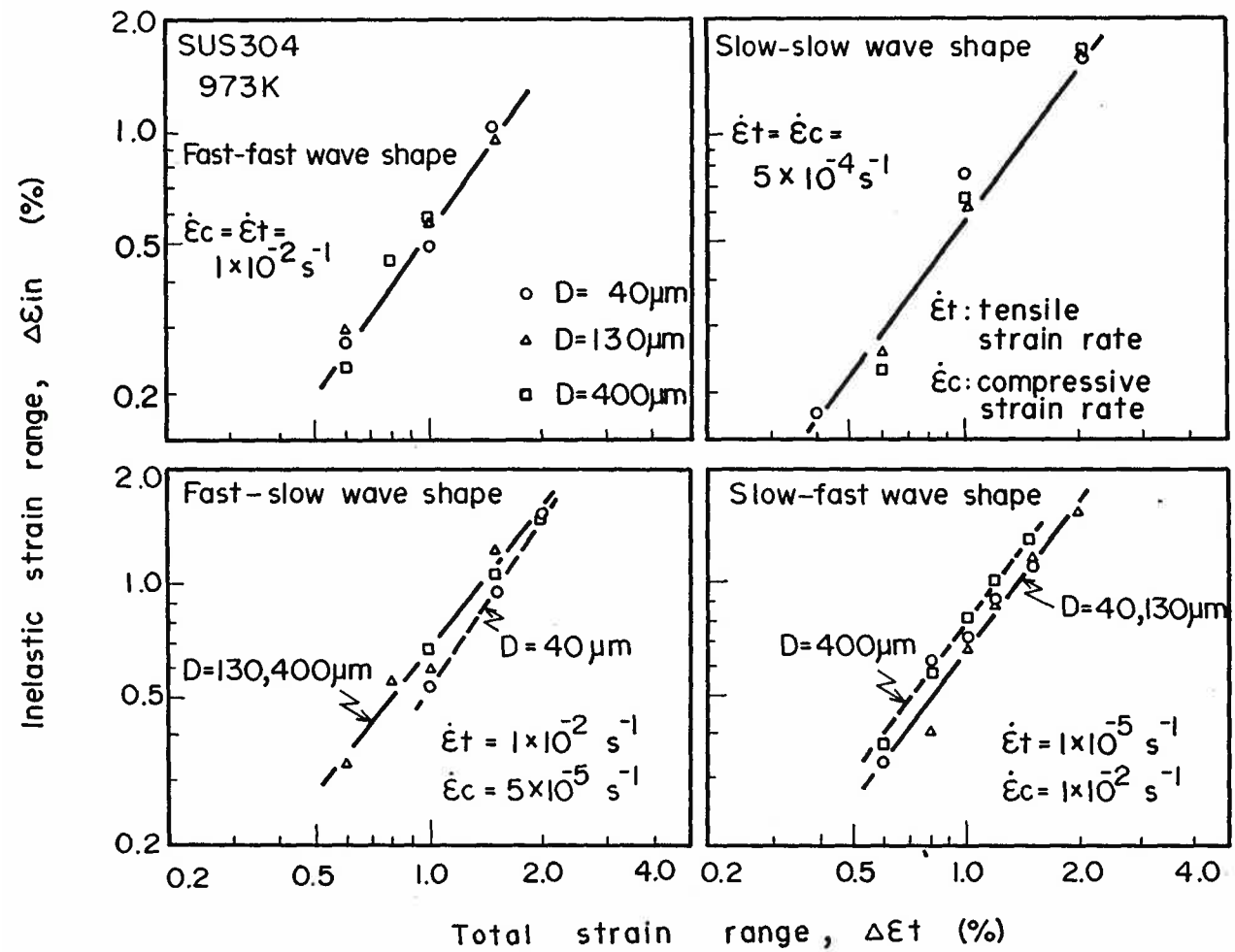


図5-6 全ひずみ振幅と非弾性ひずみ範囲の関係

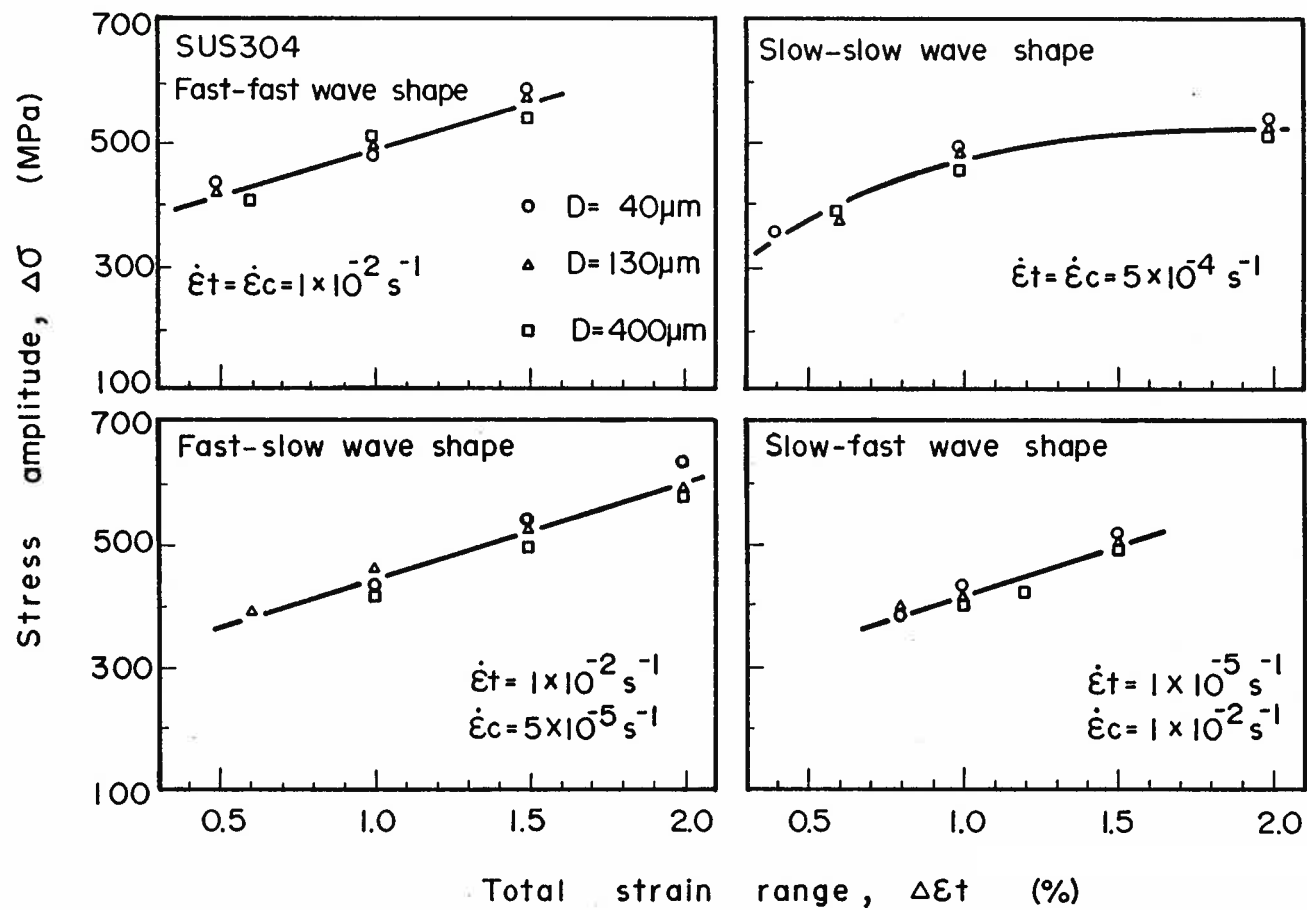


図5-7 全ひずみ振幅と応力振幅の関係

はほとんど現れない。さらに、図 5-8 に、疲労寿命におよぼす結晶粒径の影響が大きかった、低速—低速および低速—高速波形における応力振幅と疲労寿命の関係を示した。両波形について、結晶粒径の小さい試料で疲労寿命が最も長い。このように、同じ応力振幅で比較しても結晶粒径の小さい試料で疲労寿命が最も長くなることがわかる。

以上の結果から、結晶粒径の影響は引張変形においてクリープが生じる低速—低速および低速—高速波形において著しく、結晶粒径の小さい試料ほど疲労寿命は長くなることがわかる。また、繰返し変形挙動への結晶粒径の影響は低速—高速および高速—低速波形で生じ、結晶粒径の小さい試料では非弾性ひずみ範囲が小さい。このことも疲労寿命の結晶粒径依存性に影響をおよぼすものと考えられる。

5-3-2 組織観察

高温低サイクル疲労における破壊形態へのひずみ波形の影響についてはすでに多くの研究が行われており、引張側のひずみ速度が破壊形態に大きく影響することが明らかにされている [9,12,15]。すなわち、引張変形が高ひずみ速度で生じる波形では粒内破壊、低ひずみ速度で生じる波形では粒界破壊しやすく、また、この粒界破壊の発生に伴って疲労寿命は減少する傾向がある。さらに、ひずみ波形が非対称な低速—高速波形では、粒界すべりが一方向に蓄積されるために [9]、粒界三重点などに粒界き裂が発生しやすく、疲労寿命は著しく低下する傾向がある。本研究においても、ひずみ波形効果についてはこれらの研究報告とほぼ同様の結果が得られたが、低速—低速および低速—高速波形には疲労寿命への結晶粒径の影響が現れた。

写真5-2 に低速—低速波形によって破断した試料の光顕および走査電顕組織を示した。写真 5-2(a),(c),(e) では縦方向が負荷方向である。破壊は試験片表面に発生したき裂が伝ばして生じたが、そのき裂の形態に結晶粒径の影響が現れた。写真 5-2(a) の結晶粒径が約 $40\mu\text{m}$ の試料では、き裂はほぼ結晶粒内を伝ばしてる。そのため、一部に凹凸のある粒界破面もみられるが、平坦な粒内破壊が支配的である(写真 5-2(b))。一方、結晶粒径が約 $130\mu\text{m}$ の試料においては、写真 5-2(c),(d) のように、破壊は結晶粒内と粒界で生じ、粒界破壊の割合がかなり大きい。さらに、結晶粒径約 $400\mu\text{m}$ の試料では、破壊はほとんど結晶粒界で生じる(写真 5-2(e),(f))。

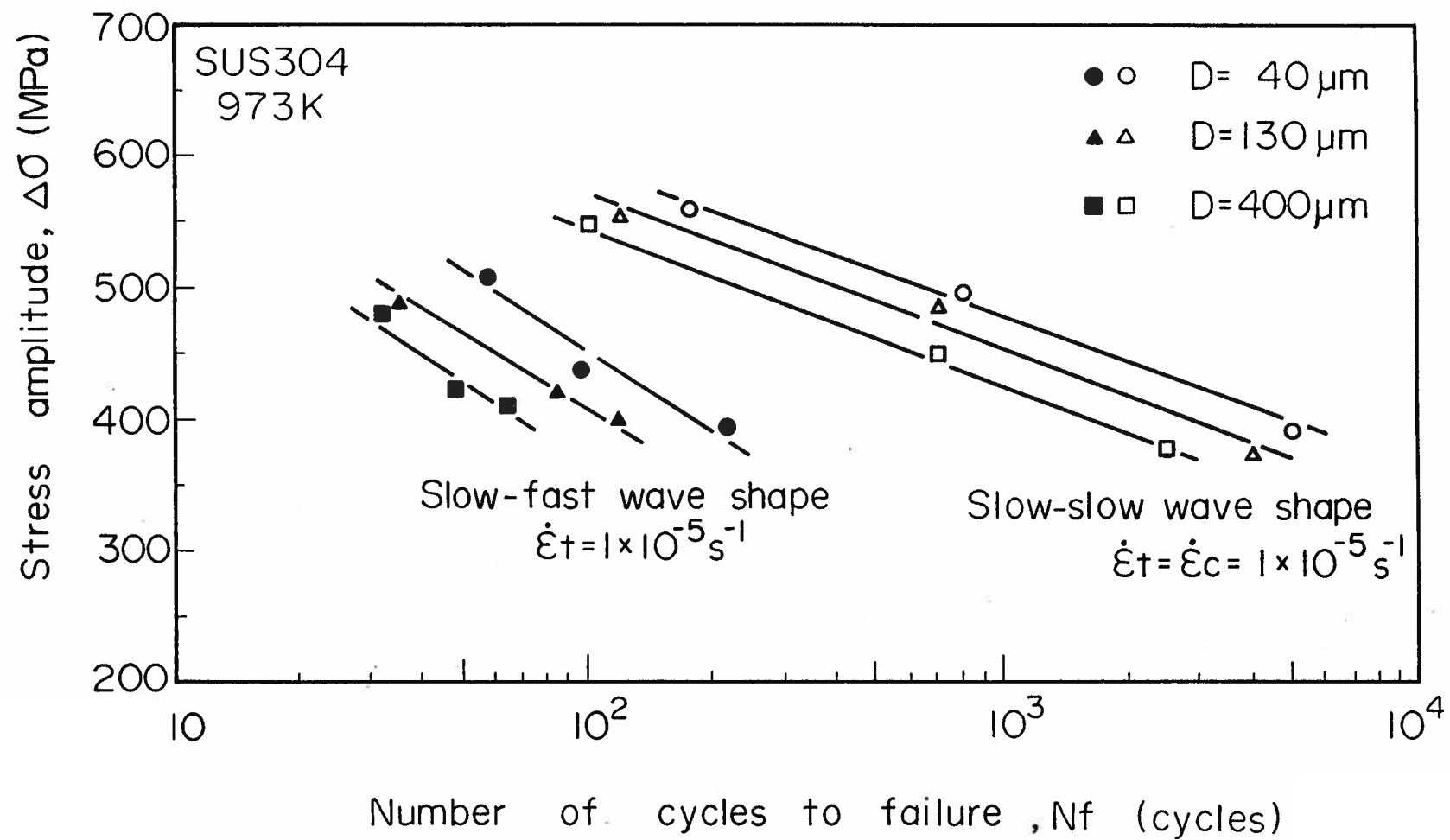


図5-8 応力振幅と破断寿命の関係への結晶粒径の影響

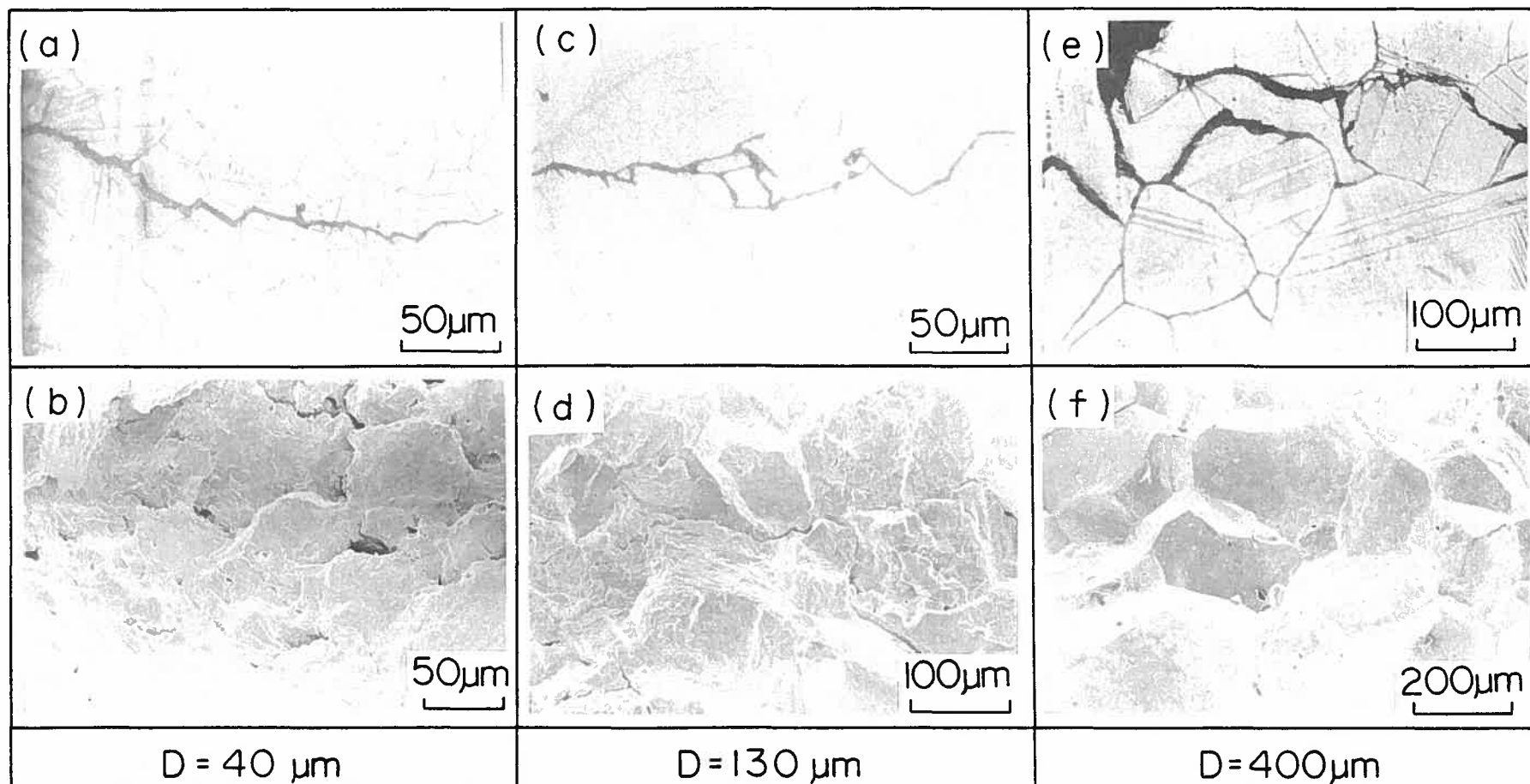


写真5-2 低速—低速波形によって破断した試料の微細組織
 ($\Delta \epsilon_t = 1.0\%$ 、 $\dot{\epsilon}_t = \dot{\epsilon}_c = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

写真5-3 に低速—高速波形によって破断した試料の光顕および走査電顕組織を示した。低速—低速波形と同様に、結晶粒径の大きな試料ほど粒界破壊しやすい傾向がある。ただし、低速—高速波形の方が低速—低速波形の場合よりも粒界破壊は起こりやすい傾向があり、結晶粒径が約 $40\ \mu\text{m}$ の試料においても、ひずみ速度の低い条件下では明瞭な粒界破壊が生じる。

写真5-4 に低速—低速および低速—高速波形を負荷した試料の粒界三重点近傍の光顕組織を示した。結晶粒径が約 $400\ \mu\text{m}$ の試料においては両波形で粒界三重点近傍に fold が観察される。また、とくに低速—高速波形において結晶粒界近傍には多量の析出物が生じている。結晶粒径が約 $130\ \mu\text{m}$ の試料には fold はあまりみられず、結晶粒界近傍の析出物も少ない。一方、約 $40\ \mu\text{m}$ の結晶粒径の試料には fold は観察されず、結晶粒界近傍に密集した析出物もほとんど観察されない。fold は粒界すべりによる応力集中によって生じ、結晶粒界でのひずみを緩和するものである [18]。したがって、結晶粒径の大きな試料では粒界三重点などによりかなり大きな応力集中が生じていたと考えることができる。

一方、高速—高速波形においては、破壊はすべて試験片表面に発生した粒内き裂が伝ばして生じ、結晶粒径によらず破壊形態はすべて粒内破壊であった。また、高速—低速波形においても、破壊は試験片表面に発生した粒内き裂が伝ばして生じ、破壊形態は結晶粒径が変化しても変わらなかった。ただし、結晶粒界近傍の微細組織には結晶粒径の影響がみられた。写真5-5 に高速—低速波形によって破断した試料の光顕組織を示した。写真 5-5(a) は結晶粒径が約 $400\ \mu\text{m}$ の試料の組織であるが、結晶粒界には再結晶が生じている。しかし、き裂はすべて結晶粒内を伝ばしており、再結晶が生じててもき裂伝ば経路には変化はない。この再結晶は結晶粒径の大きな試料で生じやすく、結晶粒径が約 $400\ \mu\text{m}$ の試料では引張と圧縮の行程のひずみ速度の比が $10:1$ ($\Delta \epsilon_t = 1.0\%$) 以上の高速—低速波形で生じていた。結晶粒径が約 $40\ \mu\text{m}$ の試料では再結晶は生じにくく、ひずみ速度の比が $1000:1$ の高速—低速波形においてわずかに再結晶組織が観察される(写真 5-5(b))。また、この疲労波形においては、軸方向に伸びた粒界き裂 [9] が一部の試料で発生したが、このようなき裂の疲労寿命などへの影響は小さいと考えられる。

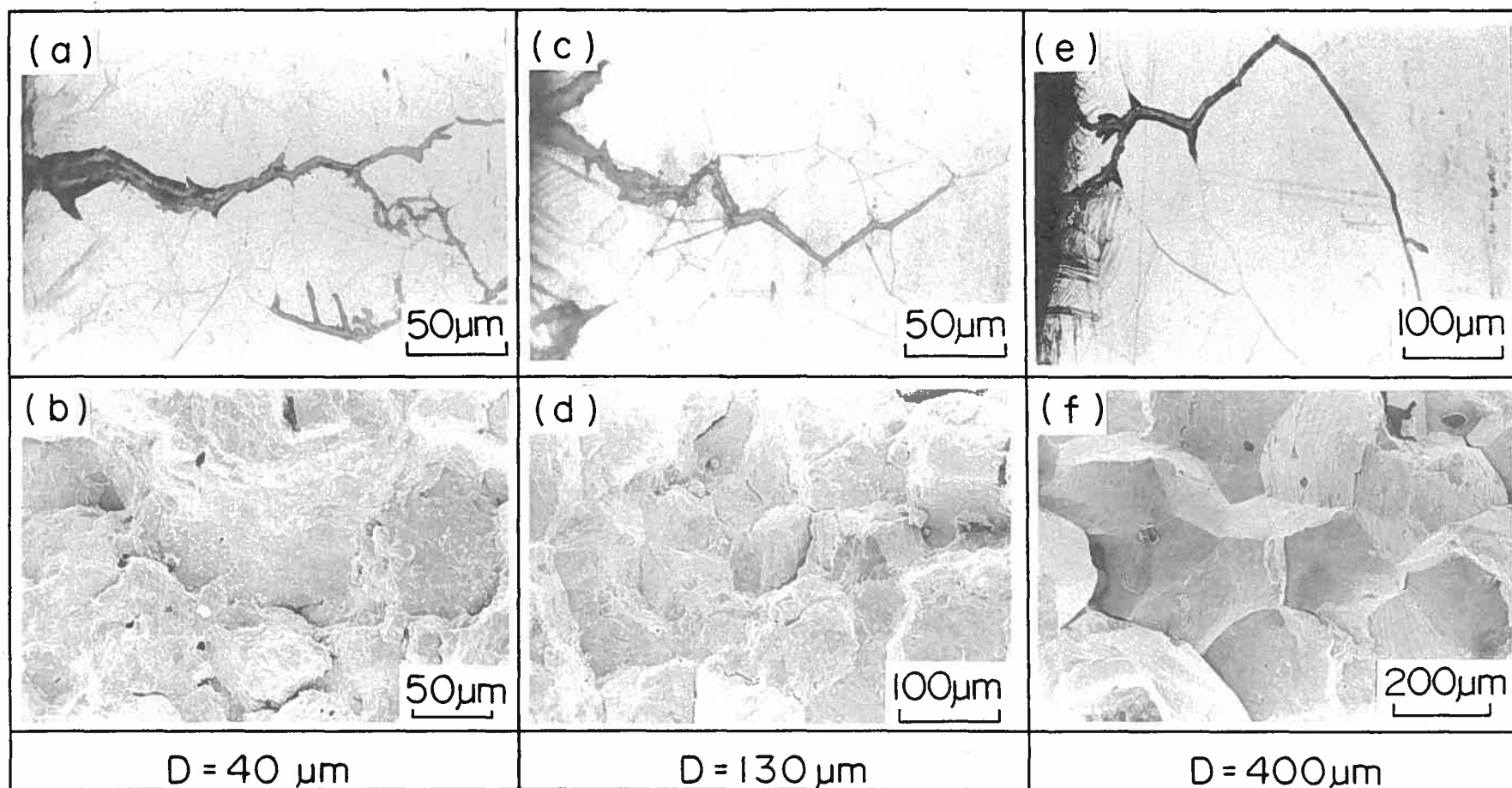


写真5-3 低速—高速波形によって破断した試料の微細組織 ($\Delta \epsilon_t = 1.0\%$ 、 $\dot{\epsilon}_t = 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 、 $\dot{\epsilon}_c = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$)

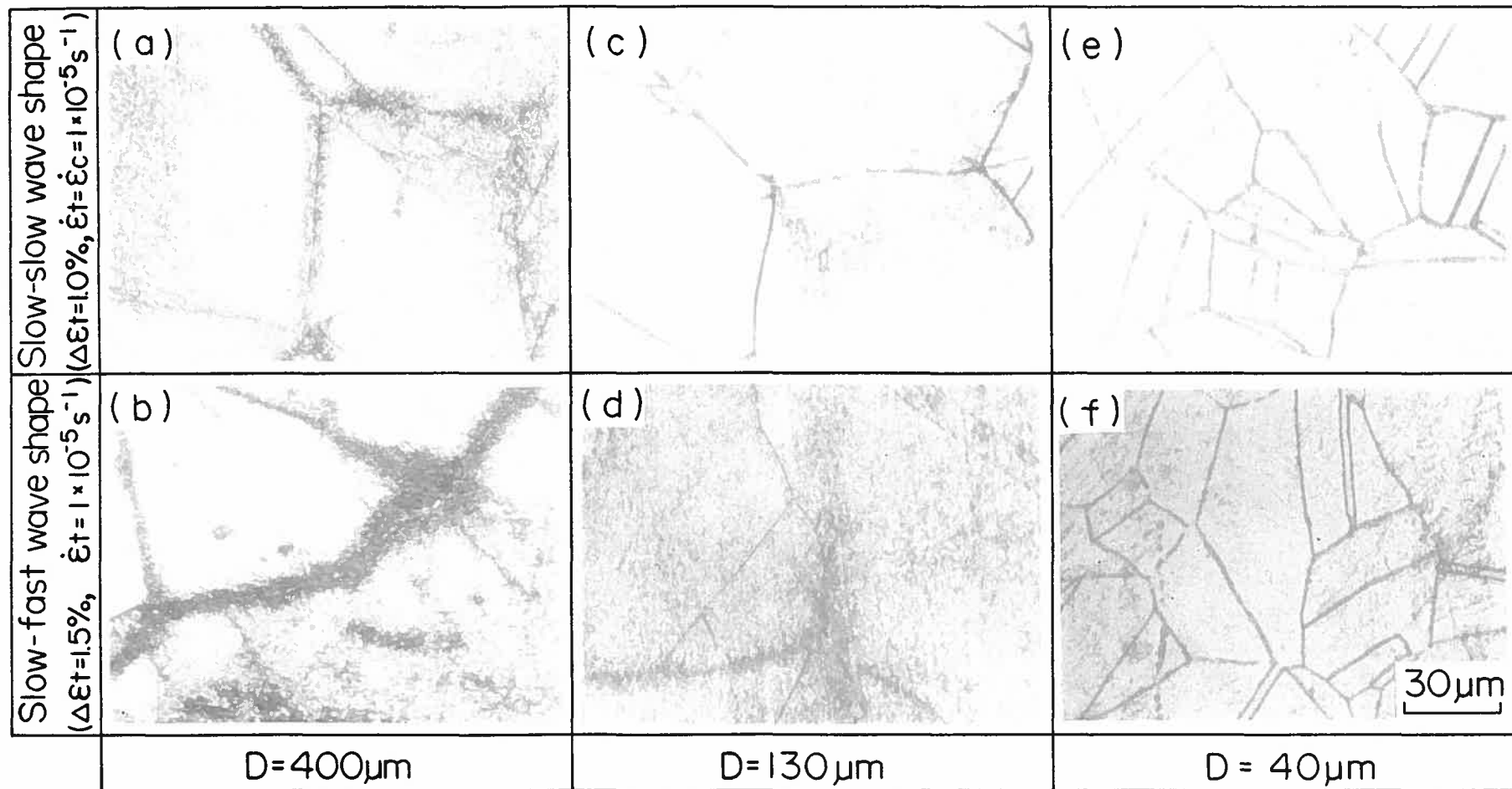


写真5-4 低速—低速および低速—高速波形によって破断した試料の結晶粒界近傍の光顕組織

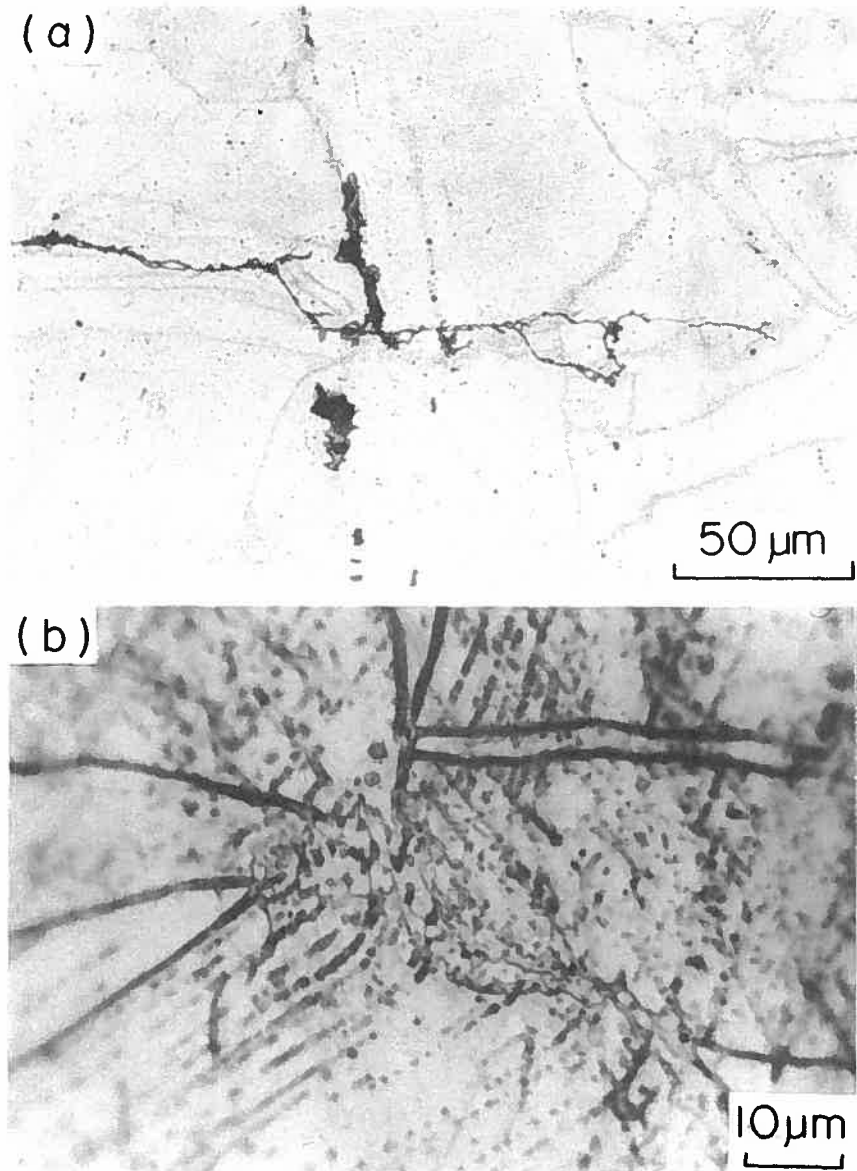


写真5-5 高速—低速波形によって破断した試料の微細組織

(a) $D = 400 \mu\text{m}$ ($\Delta \epsilon_t = 1.5\%$, $\dot{\epsilon}_c = 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)

(b) $D = 40 \mu\text{m}$ ($\Delta \epsilon_t = 1.0\%$, $\dot{\epsilon}_c = 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)

5-4 考察

5-4-1 ひずみ範囲分割法による疲労寿命の検討

分割された各非弾性ひずみ範囲と疲労寿命の関係を、Interaction damage rule に従って求めた [15]。基礎式は次のとおりである。

$$\frac{1}{N_f} = \frac{F_{pp}}{N_{pp}} + \frac{F_{ij}}{N_{ij}} \quad (5-1)$$

$$F_{pp} = \Delta \varepsilon_{pp} / \Delta \varepsilon_{in}, \quad F_{ij} = \Delta \varepsilon_{ij} / \Delta \varepsilon_{in} \quad (5-2)$$

ここで、 N_f は各波形を用いた試験における疲労寿命、 N_{pp} は $\Delta \varepsilon_{pp}$ に対応する高速—高速波形の疲労寿命である。

図5-9 に分割された非弾性ひずみ範囲の $\Delta \varepsilon_{cc}$ および $\Delta \varepsilon_{cp}$ と、それらに対応した疲労寿命 N_{cc} および N_{cp} の関係を示した。 $\Delta \varepsilon_{cc} - N_{cc}$ 関係はクリープひずみによる引張・圧縮が繰返される場合の疲労寿命特性である。結晶粒径の異なる各試料の $\Delta \varepsilon_{cc} - N_{cc}$ 関係は次式で与えられる。

$$\left. \begin{aligned} \Delta \varepsilon_{cc} \cdot N_{cc}^{0.43} &= 0.99 \quad (D = 40 \mu m) \\ \Delta \varepsilon_{cc} \cdot N_{cc}^{0.42} &= 0.07 \quad (D = 130 \mu m) \\ \Delta \varepsilon_{cc} \cdot N_{cc}^{0.40} &= 0.04 \quad (D = 400 \mu m) \end{aligned} \right\} \quad (5-3)$$

上式からわかるように、疲労寿命は結晶粒径が約 $40 \mu m$ の試料でもっとも長く、約 $400 \mu m$ の試料では最も短い。一方、引張行程でクリープひずみが生じ、圧縮行程で塑性ひずみが生じる疲労に対応する $\Delta \varepsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係は、次のようになる。

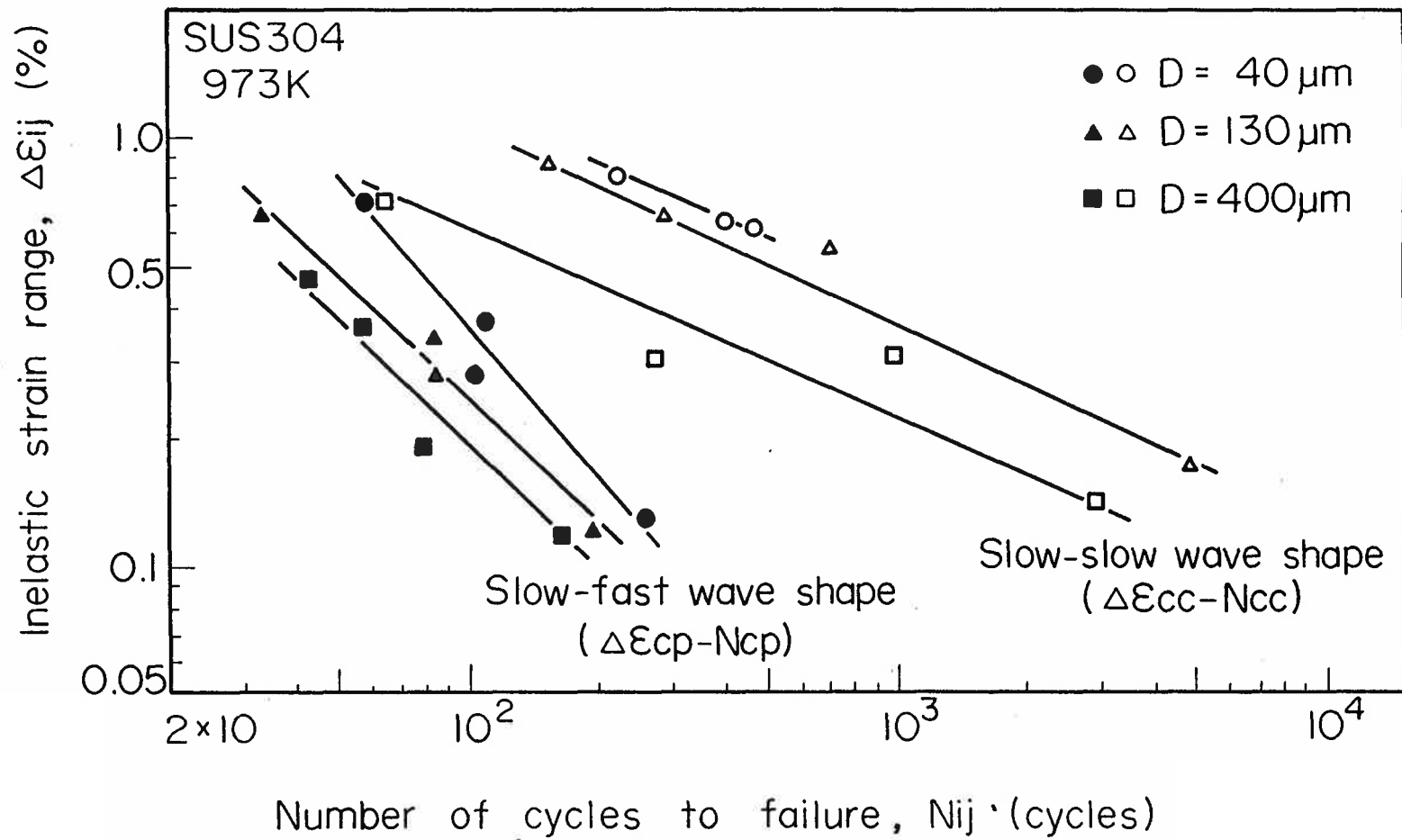


図5-9 ひずみ範囲分割法に基づく $\Delta \varepsilon_{ij} - N_{ij}$ 関係

$$\left. \begin{aligned} \Delta \varepsilon_{cp} \cdot N_{cp}^{1.05} &= 0.47 \quad (D = 40 \mu m) \\ \Delta \varepsilon_{cp} \cdot N_{cp}^{1.03} &= 0.29 \quad (D = 130 \mu m) \\ \Delta \varepsilon_{cp} \cdot N_{cp}^{1.03} &= 0.23 \quad (D = 400 \mu m) \end{aligned} \right\} \quad (5-4)$$

これらの特性にも結晶粒径の影響が明瞭に現れ、結晶粒径の小さい試料で最も長寿命になる。また、 N_{cp} の指数は結晶粒径によらず約 1.0 になった。

つぎに、これらの関係への破断延性の影響について検討した。図 5-10 に疲労寿命と $\Delta \varepsilon_{ij} / (D_c)^{0.6}$ の関係を示した。 D_c は破断延性であり、第 2 章で行ったクリープ破断試験の結果から、破断時間が 150h 以下における破断延性の平均値を用いた ($D=40 \mu m:48.0\%$ 、 $D=130 \mu m:28.8\%$ 、 $D=400 \mu m:22.4\%$)。これらの関係によって、結晶粒径が異なる試料の実験結果は、実験値に多少のばらつきがあるものの、次のようなそれぞれひとつの特性曲線で表すことができる。

$$\left. \begin{aligned} \frac{\Delta \varepsilon_{cc}}{(D_c)^{0.6}} N_{cc}^{0.56} &= 2.3 \\ \frac{\Delta \varepsilon_{cp}}{(D_c)^{0.6}} N_{cp}^{1.09} &= 6.6 \end{aligned} \right\} \quad (5-5)$$

したがって、図5-9 に示された結晶粒径による寿命特性の差の一因として、結晶粒径の違いに伴う破断延性の差が考えられる。とくに、低速—低速波形においては、非弾性ひずみ範囲が結晶粒径の違いによってほとんど変わらない (図5-6) ことから、疲労寿命への結晶粒径の影響は、おもに結晶粒径の差に伴う破断延性の差によって生じることがわかる。一方、低速—高速波形においては、結晶粒径の大きな試料で非弾性ひずみが多少大きくなる (図5-6) ことから、疲労寿命への結晶粒径の影響は、結晶粒径の差に伴って生じる破断延性の差と、発生する非弾性ひずみ範囲の差によって生じると考えられる。

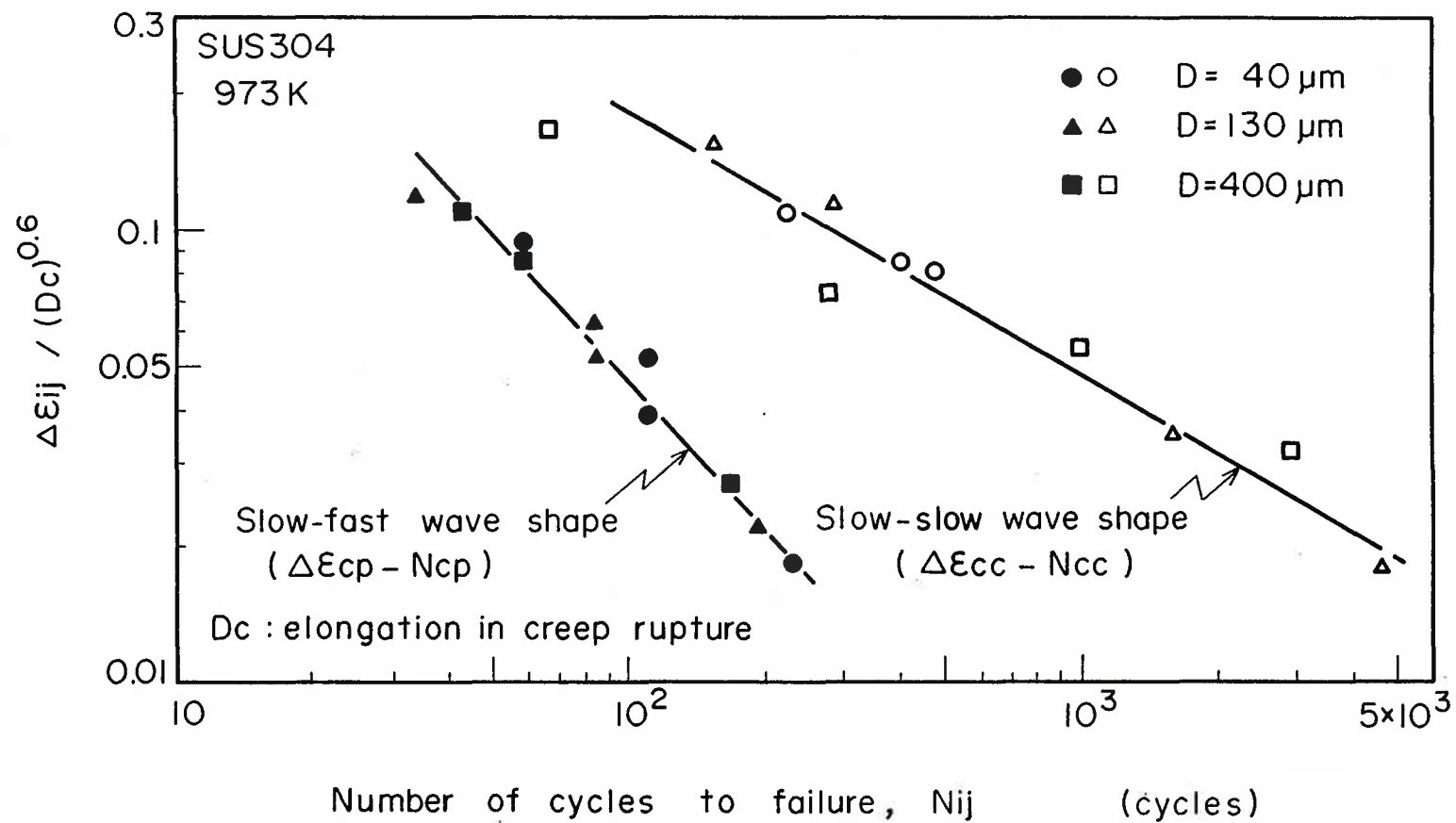


図5-10 ひずみ範囲分割法に基づく $\Delta \epsilon_{ij} - N_{ij}$ 関係への破断延性の影響

つぎに、図 5-11 に非弾性ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_{pp}$ および $\Delta \varepsilon_{pc}$ と、それらに対応する疲労寿命 N_{pp} 、 N_{pc} の関係を示した。 $\Delta \varepsilon_{pp}$ - N_{pp} 関係は塑性ひずみによる引張・圧縮が繰り返される疲労に対応するもので、三種類の結晶粒径について次式で示すことができる。

$$\Delta \varepsilon_{pp} \cdot N_{pp}^{0.72} = 0.93 \quad (D = 40, 130, 400 \mu m) \quad (5-6)$$

また、 $\Delta \varepsilon_{pc}$ - N_{pc} 関係は引張行程が塑性ひずみ、圧縮行程がクリープひずみの疲労に対応するものであるが、次式のようにこの関係にも結晶粒径による差が生じない。

$$\Delta \varepsilon_{pc} \cdot N_{pc}^{0.63} = 0.35 \quad (D = 40, 130, 400 \mu m) \quad (5-7)$$

したがって、高速—高速および高速—低速波形においては、疲労寿命への結晶粒径の影響は、おもに結晶粒径の違いに伴う非弾性ひずみ範囲量の差によって生じることがわかる。

5-4-2 繰返し変形挙動への結晶粒径の影響

繰返し変形挙動への結晶粒径の影響は、低速—高速および高速—低速の非対称三角波形において多少みられた (図5-9)。図 5-12 と図 5-13 にそれらの波形で試験した試料の疲労寿命中期の応力—ひずみのヒステリシスループを示した。結晶粒径は高速変形行程の応力—ひずみ曲線にとくに大きな影響をおよぼす。いずれの波形でも、結晶粒径の小さい試料では、曲線の傾きはゆるやかである。この応力—ひずみ応答の差がおもな原因となって、非弾性ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_{in}$ が結晶粒径の小さい試料で小さくなると考えられる。

このような高温条件下の繰返し変形挙動にはクリープ・塑性の相互作用が働いているこ

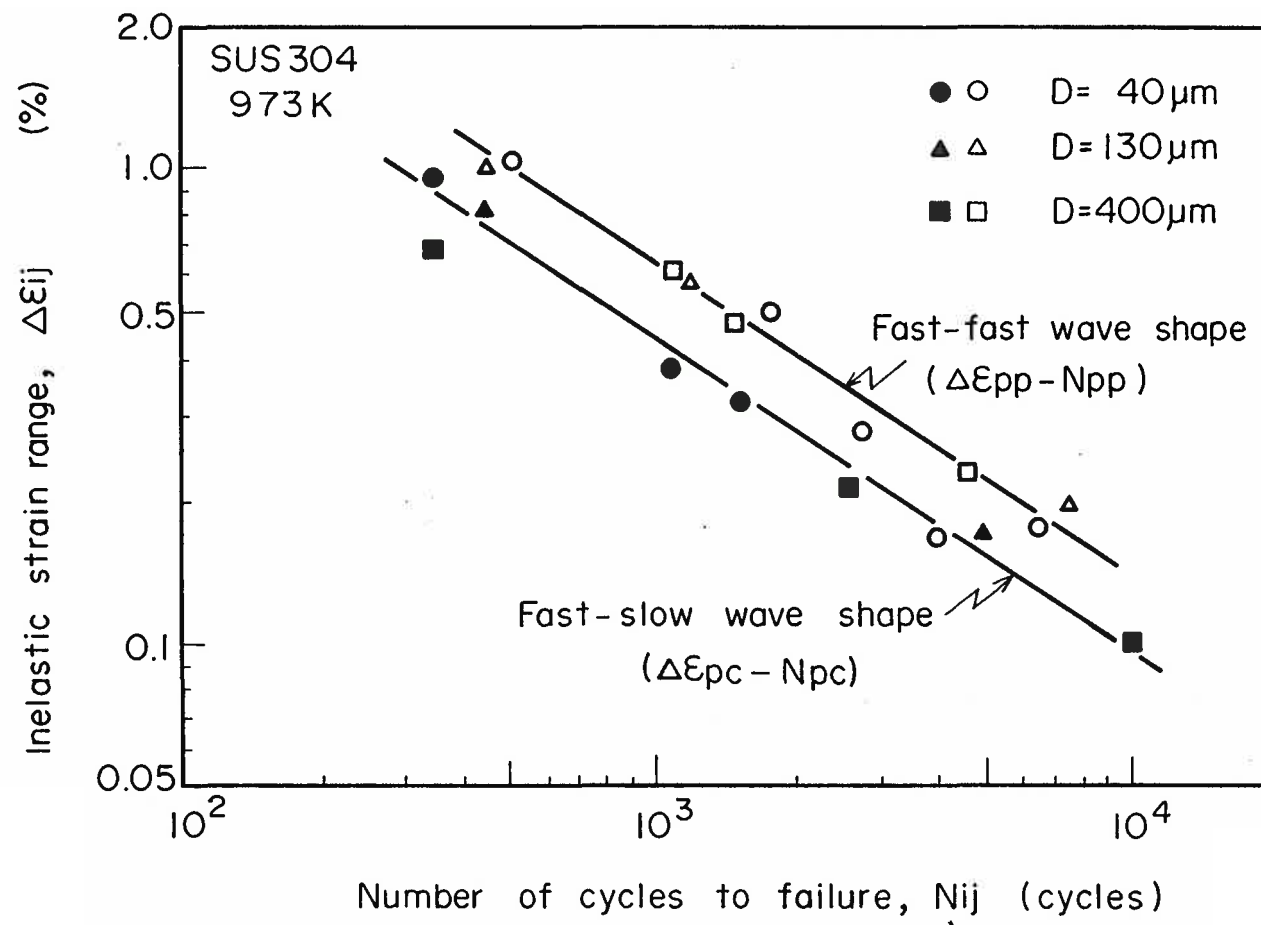


図5-11 ひずみ範囲分割法に基づく $\Delta \epsilon_{ij} - N_{ij}$ 関係

SUS304, 973K

Slow-fast wave shape, $\Delta\epsilon_t = 1.0\%$

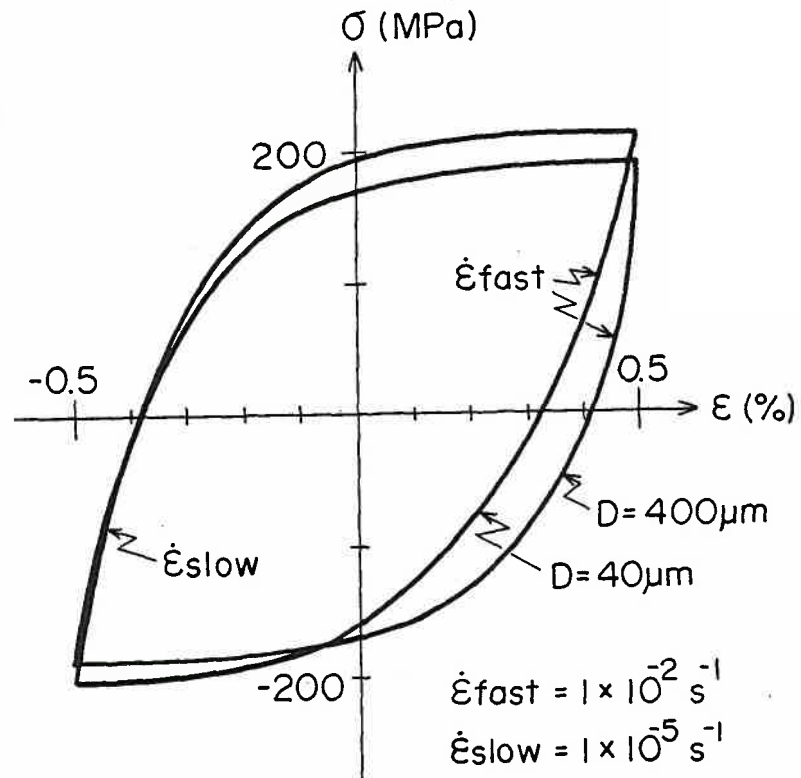


図5-12 低速—高速波形試験における疲労寿命中期の応力—ひずみヒステリシスループへの結晶粒径の影響

SUS304, 973K

Fast-slow wave shape, $\Delta\epsilon_t = 1.0\%$

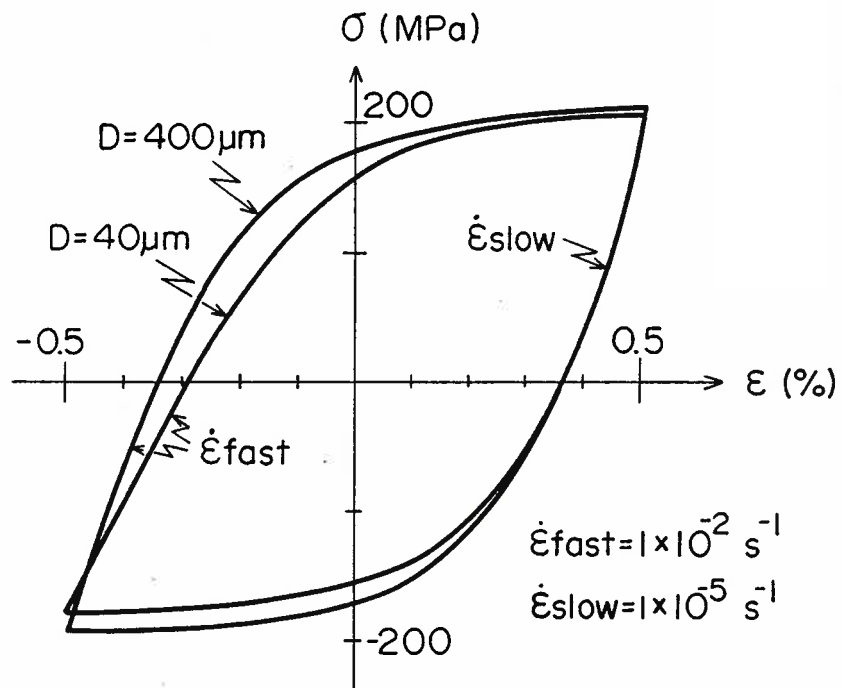


図5-13 高速—低速波形試験における疲労寿命中期の応力—ひずみヒステリシスループへの結晶粒径の影響

とも考えられるが、この問題については系統的な研究はまだほとんど行われておらず詳細は不明である [8]。また、SUS304 鋼の疲労変形においては、バウシニング効果が影響するという報告がある [19]。バウシニング効果は、応力反転時に変形応力が小さく生じる現象であるが、結晶粒径が小さいとその効果は大きいことが報告されている [20, 21, 22]。したがって、本研究の繰返し変形にも、このバウシニング効果の影響が考えられる。しかし、この変形の結晶粒径依存性がバウシニング効果のみによって説明できるものか、あるいは前述のクリープ・塑性の相互作用と関連して現れるのかなどについては不明であり、今後の課題である。

5-4-3 粒界き裂の発生について

図 5-14 と図 5-15 に、低速—低速および低速—高速波形における破壊形態と、全ひずみ範囲およびひずみ速度の関係を示す。図中の () 内に示す値は、ひずみ範囲分割法によって得た $\Delta \varepsilon_{cc}$ および $\Delta \varepsilon_{cp}$ の非弾性ひずみ範囲量である。粒界破壊は低ひずみ速度、高ひずみ範囲の条件下で生じやすい。また、結晶粒径が大きな試料ほど粒界破壊は生じやすい。粒界破壊は $\Delta \varepsilon_{cc}$ や $\Delta \varepsilon_{cp}$ 量が増加すると生じやすくなる傾向にあるが、それらの量に粒界破壊が発生するためのしきい値のようなものではなく、結晶粒径やひずみ速度が異なると粒界破壊の生じる非弾性ひずみ範囲の大きさも異なるようである。この原因としては、 $\Delta \varepsilon_{cp}$ や $\Delta \varepsilon_{cc}$ の大きさが同じであっても、それに占める粒界すべりによる変形の割合が、結晶粒径やひずみ速度によって異なることが考えられる [23]。

粒界き裂の発生には粒界すべりが重要な役割を果たす [6, 9]。山口ら [6] は粒界き裂発生への結晶粒径の影響を、Stroh の式を用いて説明した。すなわち、

$$\tau = \sqrt{\frac{12 \tau \mu}{\pi L}} \quad (5-8)$$

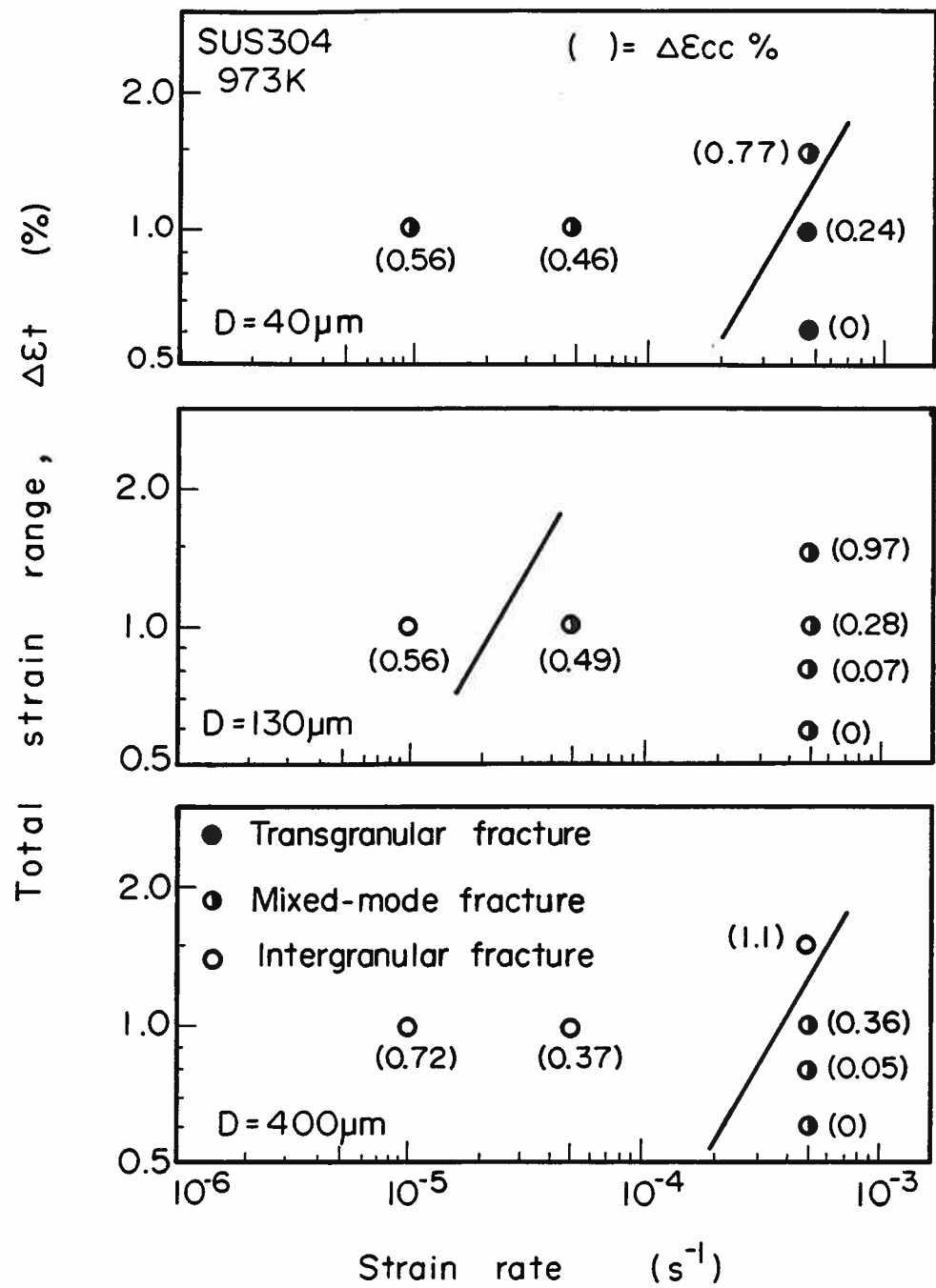


図5-14 低速—低速波形における破壊形態への結晶粒径、全ひずみ範囲およびひずみ速度の影響

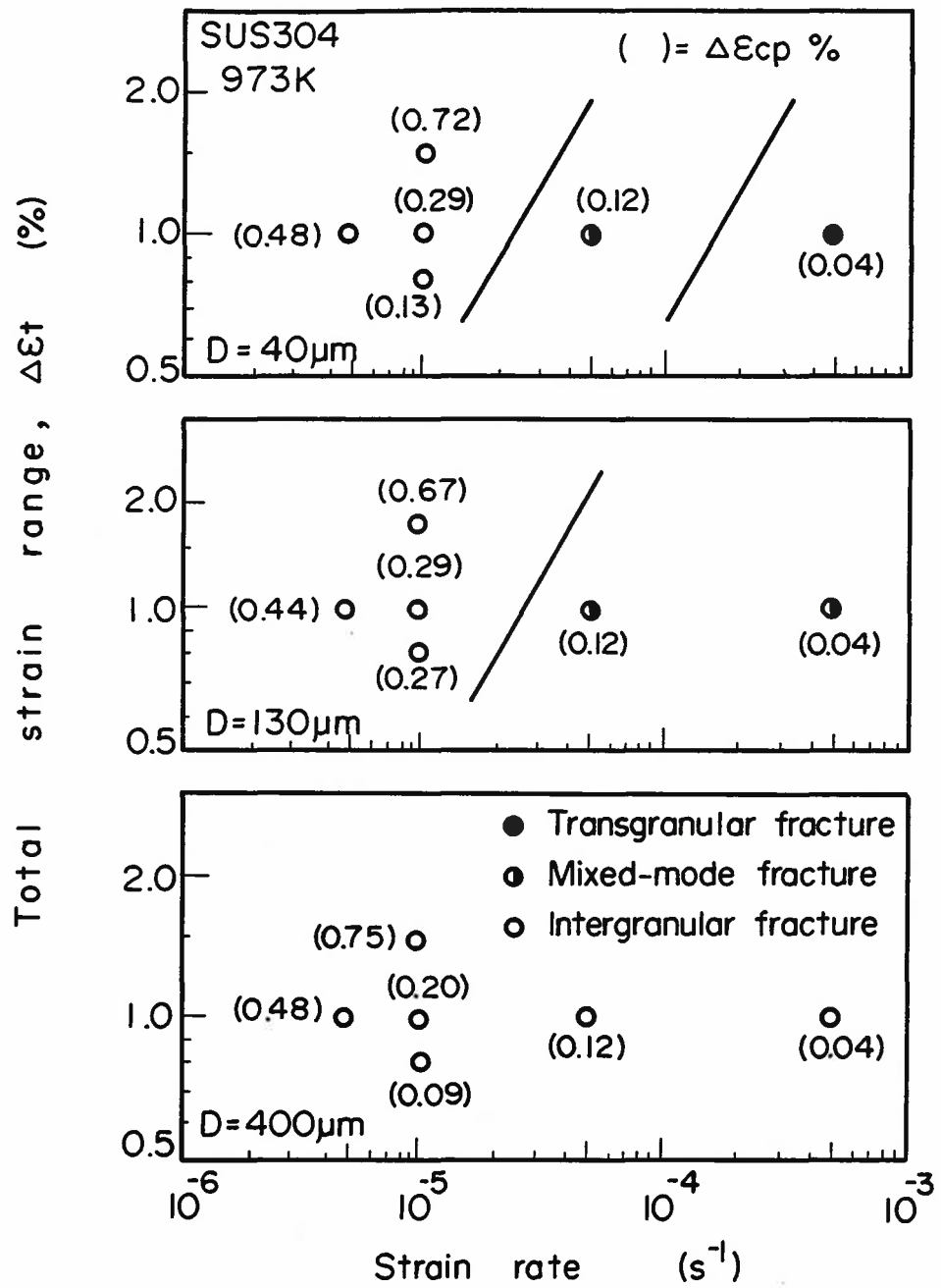


図5-15 低速—高速波形における破壊形態への結晶粒径、全ひずみ範囲およびひずみ速度の影響

ここで、 τ はくさび型の粒界き裂を形成するのに必要な最小せん断応力、 r は結晶粒界に沿ってできるき裂の単位面積当たりの表面エネルギー、 μ は剛性率、そして l はすべりが生じる粒界の長さで、結晶粒径に対応する値である。 τ の値は結晶粒径が小さくなるほど増加し、粒界き裂は発生しにくくなることがわかる。くさび型粒界き裂の発生への結晶粒径の影響は定性的には上式によって説明できると思われる。

一般に、高温条件下では粒界すべりによって生じた内部応力の一部は回復によって緩和される。この内部応力の緩和にはいくつかの機構が考えられる[18,24]。ひとつは転位のすべりによる結晶粒の塑性変形である[17]。この塑性変形は、写真5-4に示したように、foldの発生として観察できる。つぎに、再結晶などの組織変化による機構[2]が考えられる。この現象は高速—低速波形を用いた疲労試験において観察された(写真5-5)。さらに、高温条件下で重要な原子の拡散による機構が考えられる。これには体積拡散によるNabarro-Herringの機構と粒界拡散によるCobleの機構がある[24]。一般に原子拡散を伴う現象は、融点の絶対温度の約1/2以上の高温で顕著になり[24]、たとえば、第二相を含む金属材料の高温変形における加工硬化率などは拡散による回復の影響を受ける[25]。写真5-6に低速—高速波形によって破断した試料の結晶粒界近傍の透過電顕組織を示した。結晶粒径が約40 μm の写真5-6(a)の組織では、結晶粒界に析出物は生じているが粒界近傍の転位密度はとくに高くなっておらず、セル組織が明瞭である。これに対して、結晶粒径が約130 μm および400 μm の試料では、結晶粒界近傍に高転位密度の領域がみられる。さらに、結晶粒径約400 μm の試料では粒界析出物および粒界近傍の粒内析出物の量も多い。これは、結晶粒径が小さくなると原子拡散行程が短くなるので、回復が活発に生じるようになるためと思われる。すなわち、結晶粒径の小さな試料で粒界き裂が生じにくい原因として、この原子拡散による回復の効果も十分に考えられる。

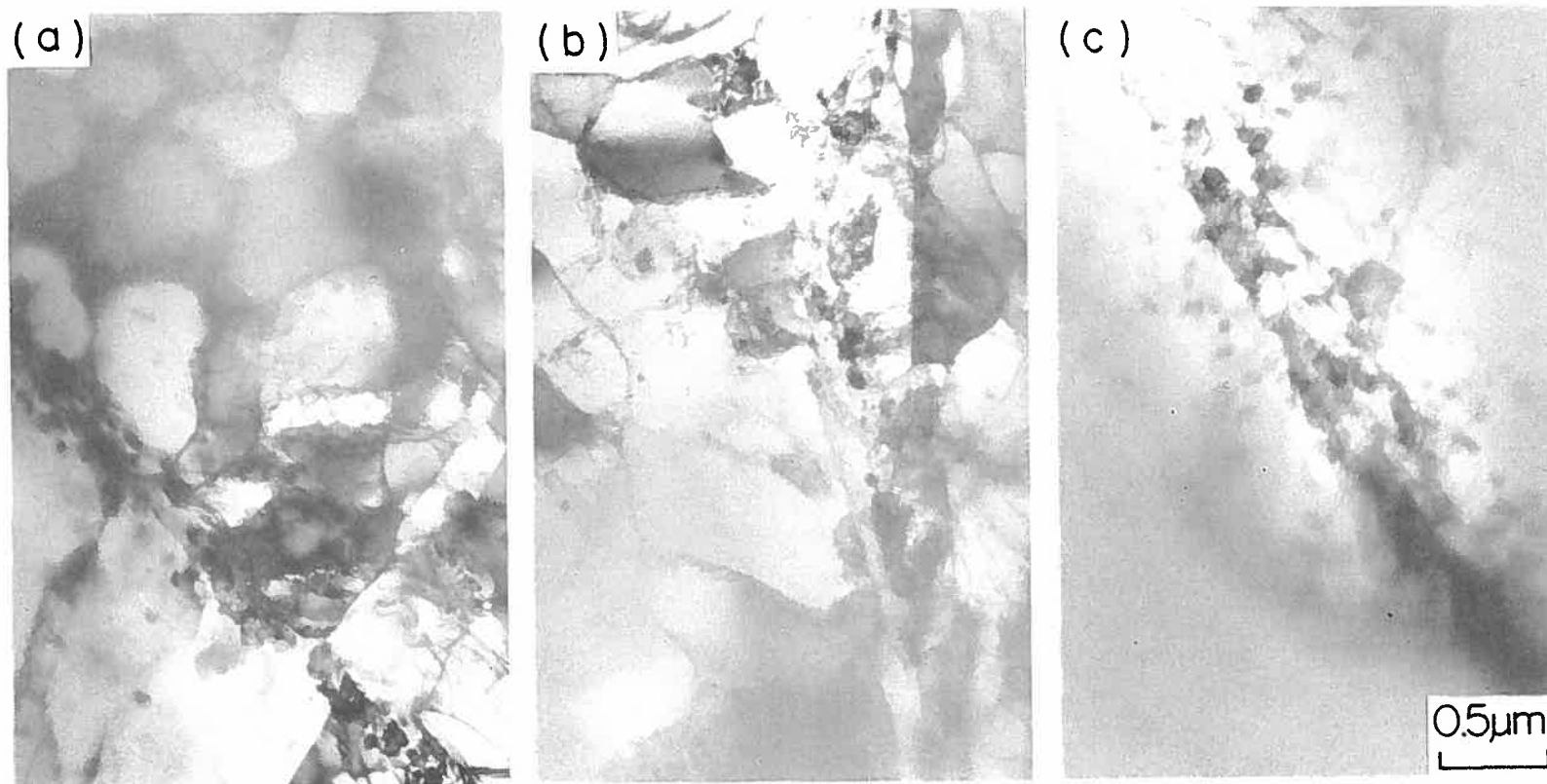


写真5-6 低速—低速波形によって破断した試料の結晶粒界近傍の透過電顕組織 ($\Delta \epsilon_t$
 $= 1.0\%$ 、 $\dot{\epsilon}_t = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、 $\dot{\epsilon}_c = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$)
 (a) $D = 40 \mu\text{m}$ (b) $D = 130 \mu\text{m}$ (c) $D = 400 \mu\text{m}$

5-5 小括

熱処理によって結晶粒径を変えたオーステナイト系 SUS304 鋼を用いて、高温低サイクル疲労寿命への結晶粒径の影響を調べた。得られた結果を以下に要約する。

(1) 疲労寿命への結晶粒径の影響は、低速—低速および低速—高速のひずみ三角波形について大きく生じ、結晶粒径の小さい試料で疲労寿命は長くなった。これらの波形では、破壊は結晶粒界から生じる傾向があった。そして、結晶粒径の小さい試料ほど粒界破壊しにくかった。

(2) 高速—高速波形においては、破壊はすべて試料表面に発生した粒内き裂が伝ばして生じ、疲労寿命に結晶粒径の影響はほとんど現れなかった。高速—低速波形においても破壊は同様に粒内き裂の伝ばによって生じ、結晶粒径の変化に伴う破壊形態の変化はみられなかった。しかし、疲労寿命は結晶粒径の小さい試料で多少長くなる傾向がみられた。

(3) ひずみ範囲分割法による検討の結果、引張行程でクリープ変形が生じる、いわゆる $\Delta \varepsilon_{cc}$ および $\Delta \varepsilon_{cp}$ を非弾性ひずみ範囲とする疲労では、疲労寿命への結晶粒径の影響は、結晶粒径の違いに伴う破断延性の差によって生じることがわかった。したがって、低速—低速および低速—高速波形において、結晶粒径が小さい試料で疲労寿命が長くなった一因として、結晶粒微細化に伴う破断延性の改善が考えられる。また、引張行程で塑性変形が起こる $\Delta \varepsilon_{pp}$ および $\Delta \varepsilon_{pc}$ の非弾性ひずみ範囲をもつ疲労では、疲労寿命への結晶粒径の影響はあまり現れなかった。

(4) 繰返し変形挙動への結晶粒径の影響は、高速—低速および低速—高速波形において生じた。結晶粒径の違いはおもに高速変形の行程中の応力—ひずみ曲線の形状に影響をおよぼし、結晶粒径の小さい試料でその曲線の傾きが小さくなる傾向があった。したがって、高速—低速波形において結晶粒径の小さい試料で疲労寿命がやや長くなる原因は、結晶粒径の違いに伴う変形挙動の変化によると考えられる。また、低速—高速波形における

疲労寿命への結晶粒径の影響を調べたところ、前述の破断延性の変化とこの変形挙動の変化の両者が影響を及ぼしていることがわかった。

参考文献

- (1) F.Garofalo, W.F.Domis and F.Gemmingen: Trans. Metall. Soc. AIME, 230 (1964), p.1460
- (2) 近藤義宏, 松尾孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, 65(1979), p.896
- (3) 田村学, 亀村圭樹, 渡辺力蔵, 千葉芳孝: 鉄と鋼, 65(1979), p.1022
- (4) C.R.Barrett, J.L.Lytton and O.D.Sherby: Trans. Metall. Soc. AIME, 239(1967), p.170
- (5) 田中学, 藤田春彦, 藤代大: 鉄と鋼, 69(1983), p.1320
- (6) K.Yamaguchi and K.Kanazawa: Met. Trans. A, 11A(1980), p.1691
- (7) 服部博, 北川正樹, 大友暁: 鉄と鋼, 68(1982), p.2521
- (8) 日本材料学会高温強度部門委員会非弾性解析法調査作業グループ: 第23回高温強度シンポジウム前刷集, (1985), p.10
- (9) 平修二, 大谷隆一: 材料の高温強度論, (1980), p.241 [オーム社]
- (10) S.S.Manson: ASTM STP 520, (1973), p.744
- (11) G.R.Halford, M.H.Hirschberg and S.S.Manson: ASTM STP 520, (1973), p.658
- (12) 平川賢爾, 時政勝行, 外山和男: 材料, 27(1978), p.948
- (13) 平川賢爾, 時政勝行, 外山和男: 材料, 28(1979), p.386
- (14) 飯塚博, 藤田春彦, 田中学: 材料, 32(1983), p.1174
- (15) 日本鉄鋼協会高温強度研究委員会: ひずみ範囲分割法による 18Cr-8Ni 鋼の高温低サイクル疲労特性の検討, (1981), p.193 [日本鉄鋼協会]
- (16) 平川賢爾, 時政勝行, 外山和男: 鉄と鋼, 65(1979), p.916

- (17) 飯塚博, 多田勝美, 田中学, 葦原文夫, 恵良修治: 日本金属学会秋季大会講演概要集, (1983), p.429
- (18) G.E.Dieter: Mechanical Metallurgy (second edition), (1976), p.461
[McGraw-Hill]
- (19) 幡中憲治: 日本機械学会論文集 (A編), 50(1984), p.831
- (20) 長谷川正: 日本金属学会報, 15(1976), p.509
- (21) 五弓勇雄, 岸輝雄, 和田光: 塑性と加工, 10(1969), p.863
- (22) 五弓勇雄, 岸輝雄, 和田光: 日本金属学会誌, 34(1970), p.154
- (23) 大谷隆一: 日本金属学会報, 22(1983), p.190
- (24) J.P.Poirier: 結晶の高温塑性 (船久保監修), (1980), p.150 (養賢堂)
- (25) 田中学, 飯塚博: 日本機械学会論文集 (A 編), 51(1985), p.2783

第6章 結晶粒界の強じん化による高温疲労強度の改善

6-1 緒言

金属材料の高温における疲労寿命は、破壊形態が粒内破壊から粒界破壊に遷移するに伴って、一般に著しく低下する傾向がある[1-4]。したがって、粒界き裂の発生と成長に直接関係する、結晶粒界の性状を制御することによって粒界破壊の発生が抑制できれば、高温強度は大きく改善される可能性がある。粒界性状の制御については、結晶粒界に粗大化した析出物を生じさせたり[5,6]、熱処理[3,7,8]や加工[9]によって結晶粒界の形状をジグザク化させる方法などが、これまでに検討されている。このうち、結晶粒界にパーライト状の粒界反応型析出[10]（以後粒界反応と略記する）を生じさせてジグザク化する方法は[7,8,11]、粒界形状を単純な熱処理によって容易に制御できるため、きわめて実用的である。粒界反応を利用した高温強度の改善については、クリープ強度に関する研究が行われており、結晶粒界のジグザク化によってクリープ破断寿命と延性がともに向上することが明らかにされている[7,12]。このことから、近年その重要性が認識されているクリープ・疲労重畳条件下における材料の強度についても、この方法を用いて改善できると期待される[8]。しかし、このことに関する系統的な研究はほとんどなく、その手法の有効性についても十分明らかでない。

そこで本研究では、高炭素・窒素含有のオーステナイト系 21Cr-4Ni-9Mn 鋼を用い、熱処理によって粒界反応を発生させ、これに伴う粒界形状のジグザク化がクリープ・疲労重畳条件下の高温疲労強度をどの程度有効に改善するかについて調べた。さらに、破断後の組織を観察して粒界反応の発生に伴う破壊形態の変化を調べ、結晶粒界のジグザク化と疲労強度改善との関連について検討した。

6-2 供試材および実験方法

供試材は内燃機関用排気弁鋼として汎用されている、市販のオーステナイト系 21Cr-4Ni-9Mn 鋼であり、その化学成分を表6-1 に示した。これに、1473K で 1 h の完全溶体化加熱後空冷し、そののち、1073K あるいは標準熱処理の時効温度である 1023K で時効を行った。表6-2 にその熱処理条件と発生した粒界反応量(粒界反応ノジュールの面積率) および結晶粒内の硬さを示した。時効温度と時効時間の組み合わせは、結晶粒内の硬さがほぼ等しく、粒界反応量のみが異なるように選んだ。写真6-1 に各熱処理材の光顕組織を示した。写真 6-1(a) の粒界反応量約 2% の試料(以後 2%GBR材と略記する)では粒界反応量が少なく、結晶粒界はほぼ直線状である。写真 6-1(b) の粒界反応量約 8% の試料(以後 8%GBR材と略記する)には、棒状析出物を含むパーライト状の粒界反応ノジュールが発生し、これに伴って結晶粒界はジグザグ化する。写真 6-1(c) の約 15% の粒界反応が発生した試料(以後 15%GBR 材と略記する)では粒界反応ノジュールはさらに大きく成長しており、結晶粒界もかなりジグザグ化する。これらの試料から標点間距離 12 mm、直径 6mm のつば付の平滑丸棒試験片を作製した。

高温低サイクル疲労試験は電気油圧サーボ式の疲労試験機を用いて、973K 大気中で行った。図6-1 に本研究で用いた四種類のひずみ三角波とその非弾性ひずみ範囲成分を示した。波形は標点間ひずみ制御の両振三角波形である。図 6-1(a) は、クリープ変形が生じない高速のひずみ速度で疲労を行う、高速—高速 (Fast-fast) 波形である。クリープ変形の生じない高速のひずみ速度は、応力振幅や非弾性ひずみ範囲のひずみ速度依存性から [1]、 $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以上であった。図 6-1(b) は、変形中にクリープひずみが生じるような、低ひずみ速度で疲労を行う低速—低速 (Slow-slow) 波形である。図6-1(c) は引張行程を高速、圧縮行程を低速のひずみ速度で行う高速—低速 (Fast-slow) 波形である。さらに、図 6-1(a) は引張行程を低速、圧縮行程を高速のひずみ速度で行う低速—高速 (Slow-fast) 波形である。高速の変形中には塑性ひずみのみが、また、低速の変形中には塑性ひずみとクリープひずみの両者が生じると考えられる。したがって、ひずみ範囲分割法に従うと [1,13,14]、非弾性ひずみ範囲は高速—高速波形においては $\Delta \varepsilon_{in} = \Delta \varepsilon_{pp}$ 、低速—低速波形では $\Delta \varepsilon_{in} = \Delta \varepsilon_{pp} + \Delta \varepsilon_{cc}$ 、高速—低速波形では $\Delta \varepsilon_{in} = \Delta \varepsilon_{pp} + \Delta \varepsilon_{pc}$ 、そして低速—高速波形では $\Delta \varepsilon_{in} = \Delta \varepsilon_{pp} + \Delta \varepsilon_{cp}$ となる。ここで、分割された非弾性ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_{ij}$ の添え字 i は引張

表6-1 供試材の化学成分 (wt%)

Steel	C	N	Cr	Ni	Mn	Si	P	S	Fe
21Cr-4Ni-9Mn	0.55	0.41	20.44	3.72	8.95	0.04	0.027	0.008	bal.

表6-2 熱処理、粒界反応量および結晶粒内の硬さ

Heat treatment	Amount of GBR (%)	Matrix hardness Hv (load, 5N)
1473K×1h→A.C. + 1023K×3h→A.C.	2	285
1473K×1h→A.C. + 1073K×30min→A.C.	8	283
1473K×1h→A.C. + 1073K×1h→A.C.	15	291

A.C. : air cooled

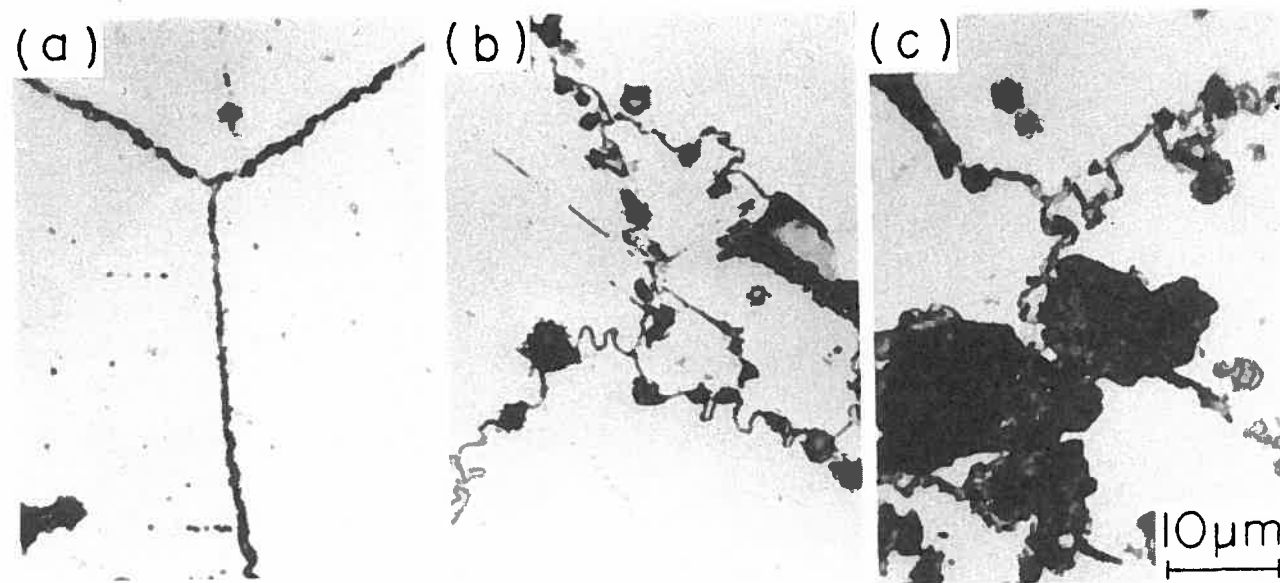
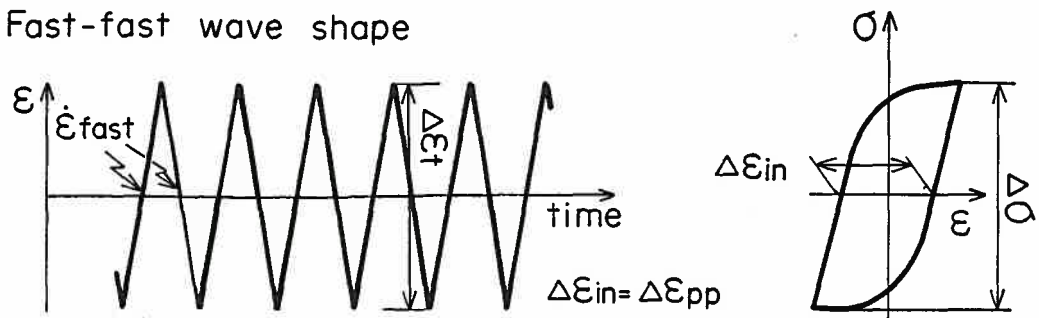
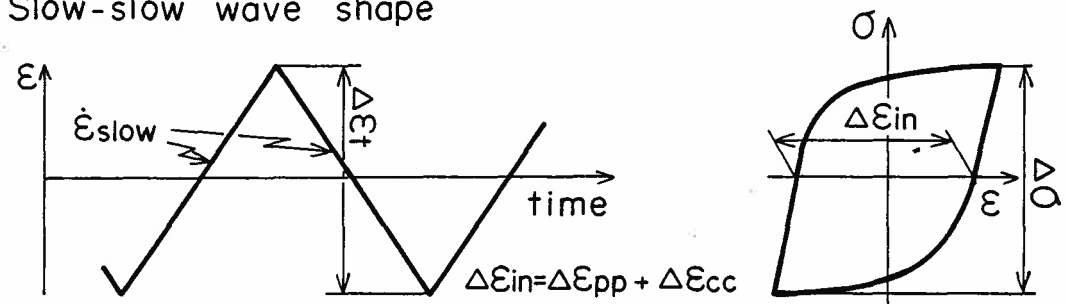


写真6-1 各熱処理材の微細組織
(a) 2%GBR (b) 8%GBR (c) 15%GBR

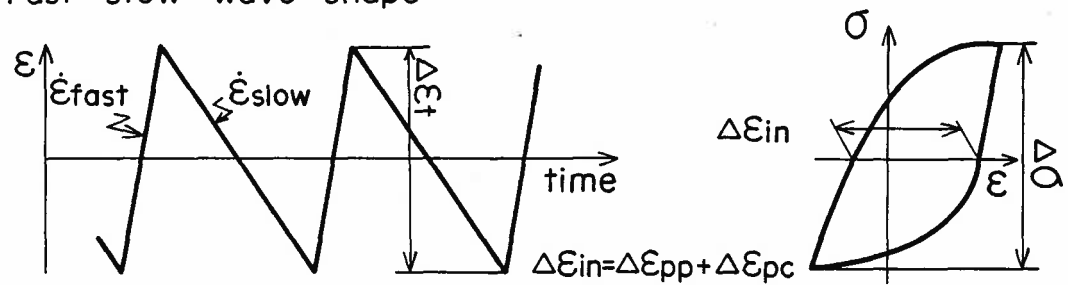
(a) Fast-fast wave shape



(b) Slow-slow wave shape



(c) Fast-slow wave shape



(d) Slow-fast wave shape

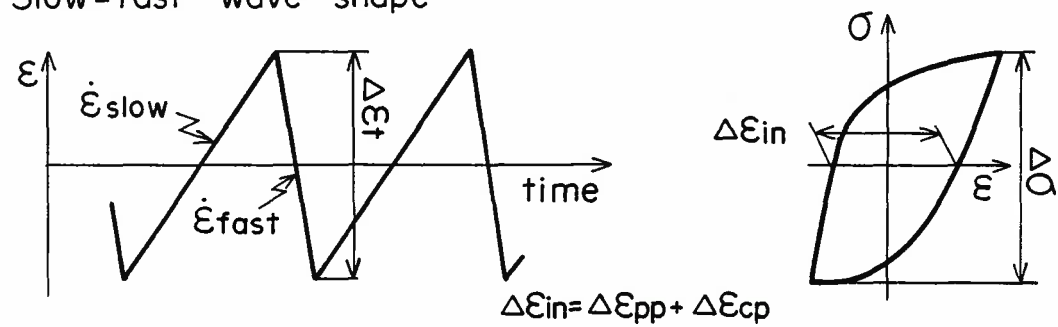


図6-1 疲労試験に用いたひずみ三角波形とその応力—ひずみヒステリシスループおよび発生する非弾性ひずみ範囲成分

行程のひずみ成分、 j は圧縮行程のひずみ成分を示し、 p は塑性ひずみで c はクリープひずみを示す。また、非弾性ひずみ範囲の分割は、高速—高速波形の応力振幅 ($\Delta \sigma$) - 非弾性ひずみ範囲 ($\Delta \varepsilon_{pp}$) の関係をもとにして行った [1,15]。破断した試料の微細組織は光顕および走査電顕を用いて観察した。

6-3 実験結果

6-3-1 疲労寿命

図6-2 に高速—高速および低速—低速の対象三角波形における全ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_t$ と疲労寿命 N_f の関係を示した。高速—高速波形では、疲労寿命は粒界形状をジグザグにした 8%GBR材が最も長く、直線状粒界をもつ 2%GBR材で最も短い。また、低速—低速波形においても疲労寿命は 8%GBR材で最も長く、2%GBR材で最も短い。図6-3 に高速—低速および低速—高速の非対称三角波形における $\Delta \varepsilon_t - N_f$ 関係を示した。高速—低速波形においては、疲労寿命には粒界反応の影響がほとんどみられない。低速—高速波形における疲労寿命には、粒界反応の影響が生じ、8%GBR材で長寿命になる傾向がみられる。

図6-4 に各波形における全ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_t$ と発生した非弾性ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_{in}$ の関係を示した。ここで示した $\Delta \varepsilon_{in}$ の値は、疲労寿命中期 (約 $N_f/2$) の応力—ひずみのヒステリシスループから求めたものである。高速—高速、低速—低速および低速—高速波形においては、 $\Delta \varepsilon_{in}$ は 8%GBR材において最も小さく、15%GBR材で最も大きく生じる。つぎに、図6-5 と図6-6 に非弾性ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_{in}$ と疲労寿命 N_f の関係を示した。高速—高速波形については、粒界形状をジグザグ化した 8%GBR材と 15%GBR材は、直線状粒界をもつ 2%GBR材よりも疲労寿命が 2-5 倍程度長くなった。また、 $\Delta \varepsilon_{in} - N_f$ 関係においても 8%GBR材の疲労寿命は 15%GBR材のそれよりも長寿命になる。低速—低速波形における $\Delta \varepsilon_{in} - N_f$ 関係では、8%GBR材と 15%GBR材の疲労寿命はほぼ同じで、2%GBR材のそれよりも約 3 倍長寿命になった。8%GBR材においては図6-4 に示したように、 $\Delta \varepsilon_{in}$ が小さく生じる傾向があったが、同一の $\Delta \varepsilon_{in}$ 値に対する疲労寿命

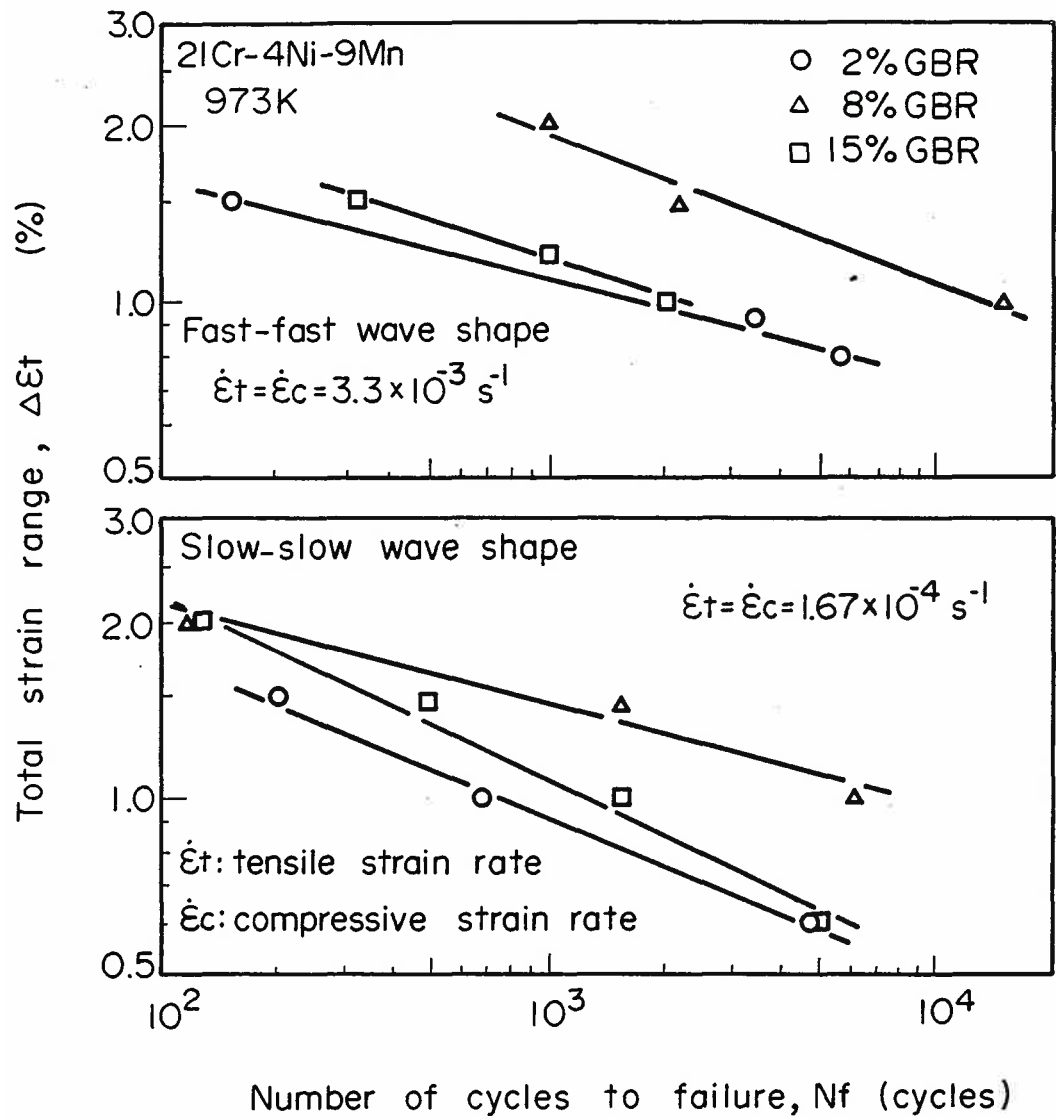


図6-2 高速—高速および低速—低速波形における疲労寿命への粒界反応量の影響

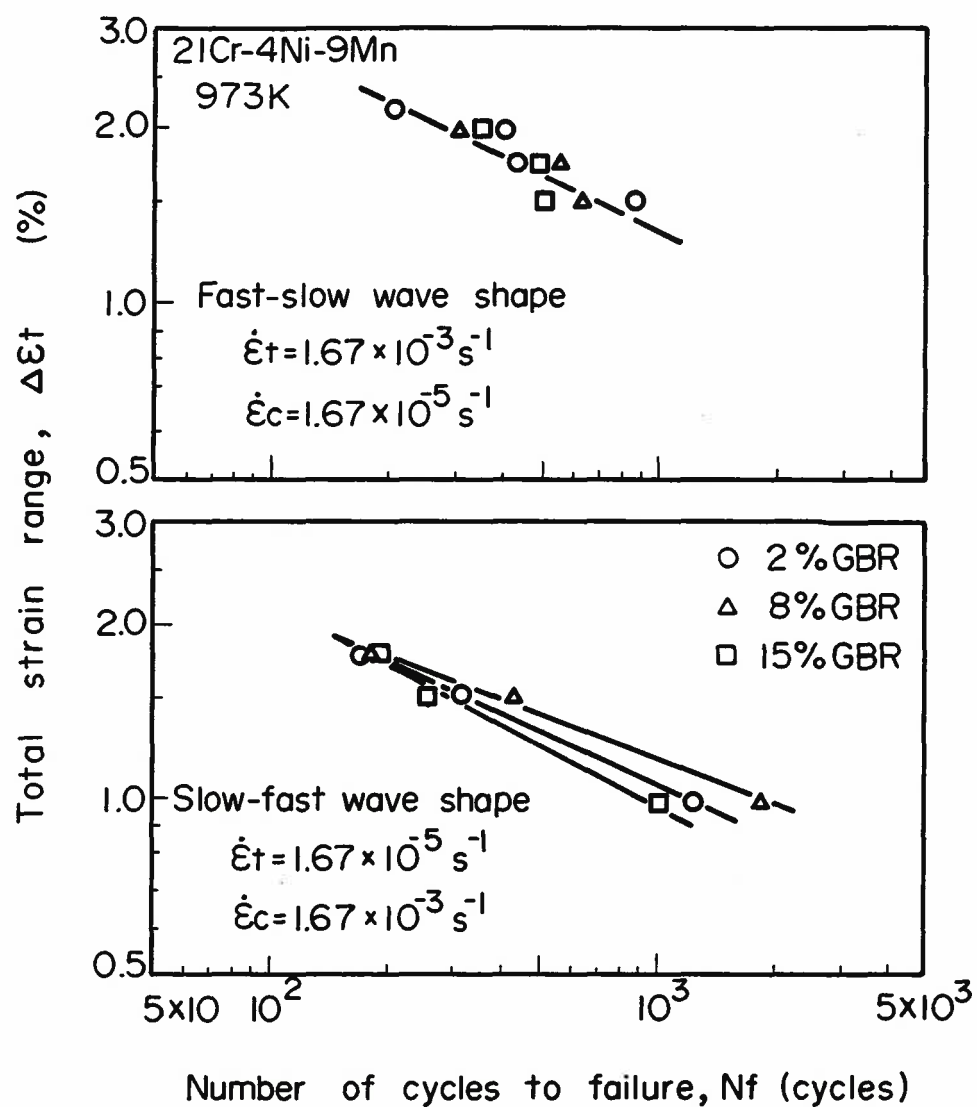


図6-3 高速—低速および低速—高速波形における疲労寿命への粒界反応量の影響

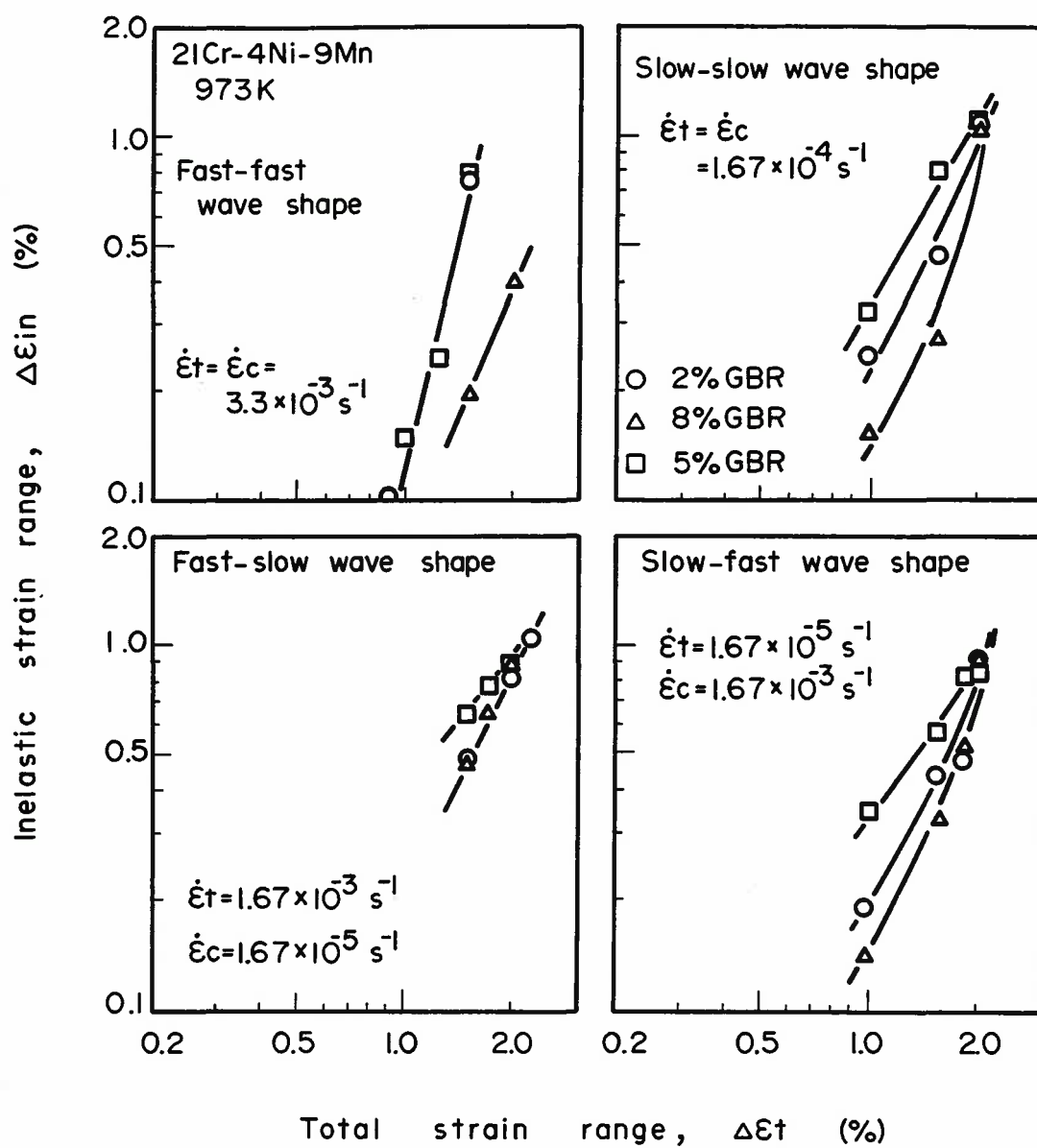


図6-4 全ひずみ範囲と非弾性ひずみ範囲の関係

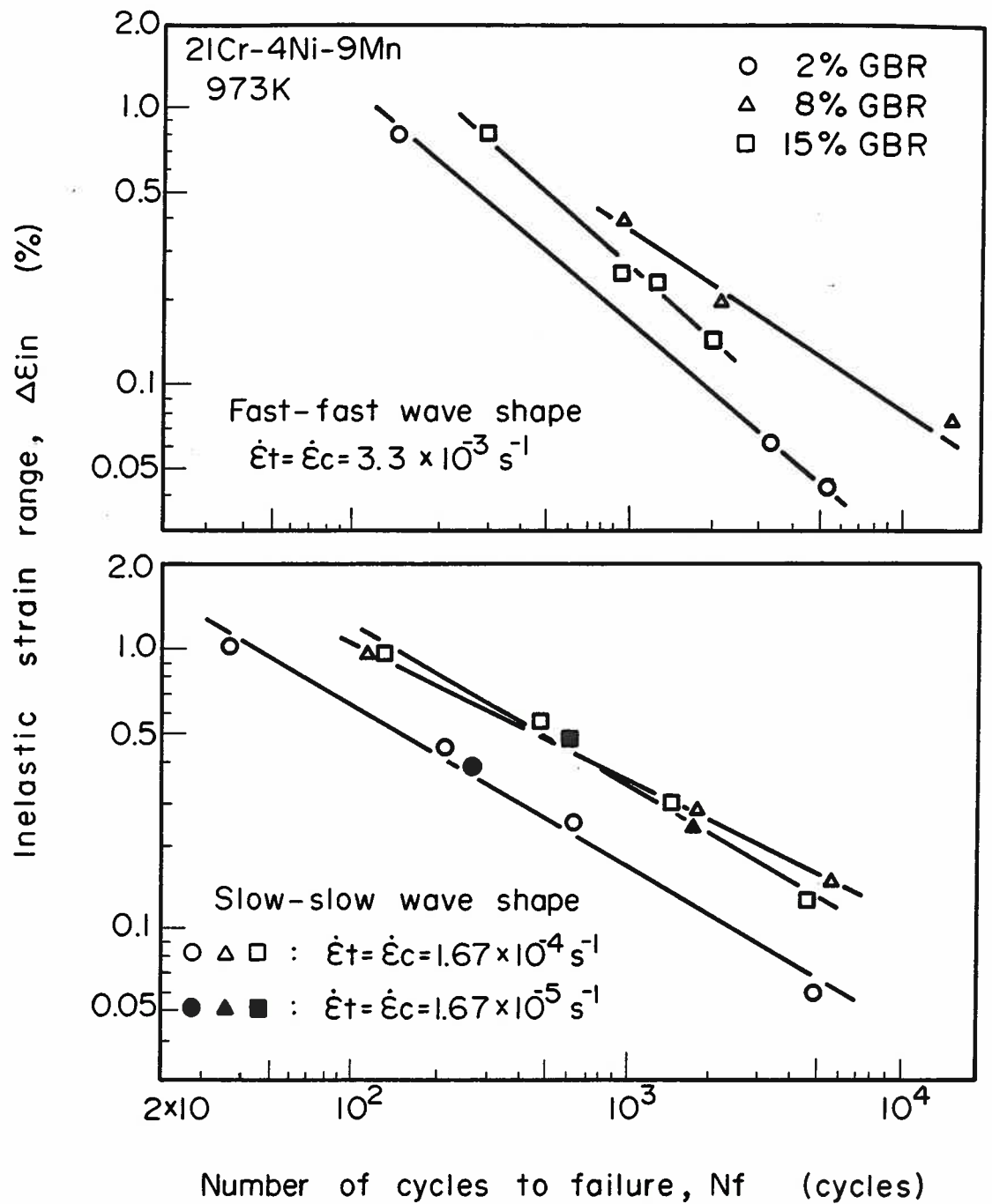


図6-5 高速—高速および低速—低速波形における非弾性ひずみ範囲 $\Delta \epsilon_{in}$ と疲労寿命の関係

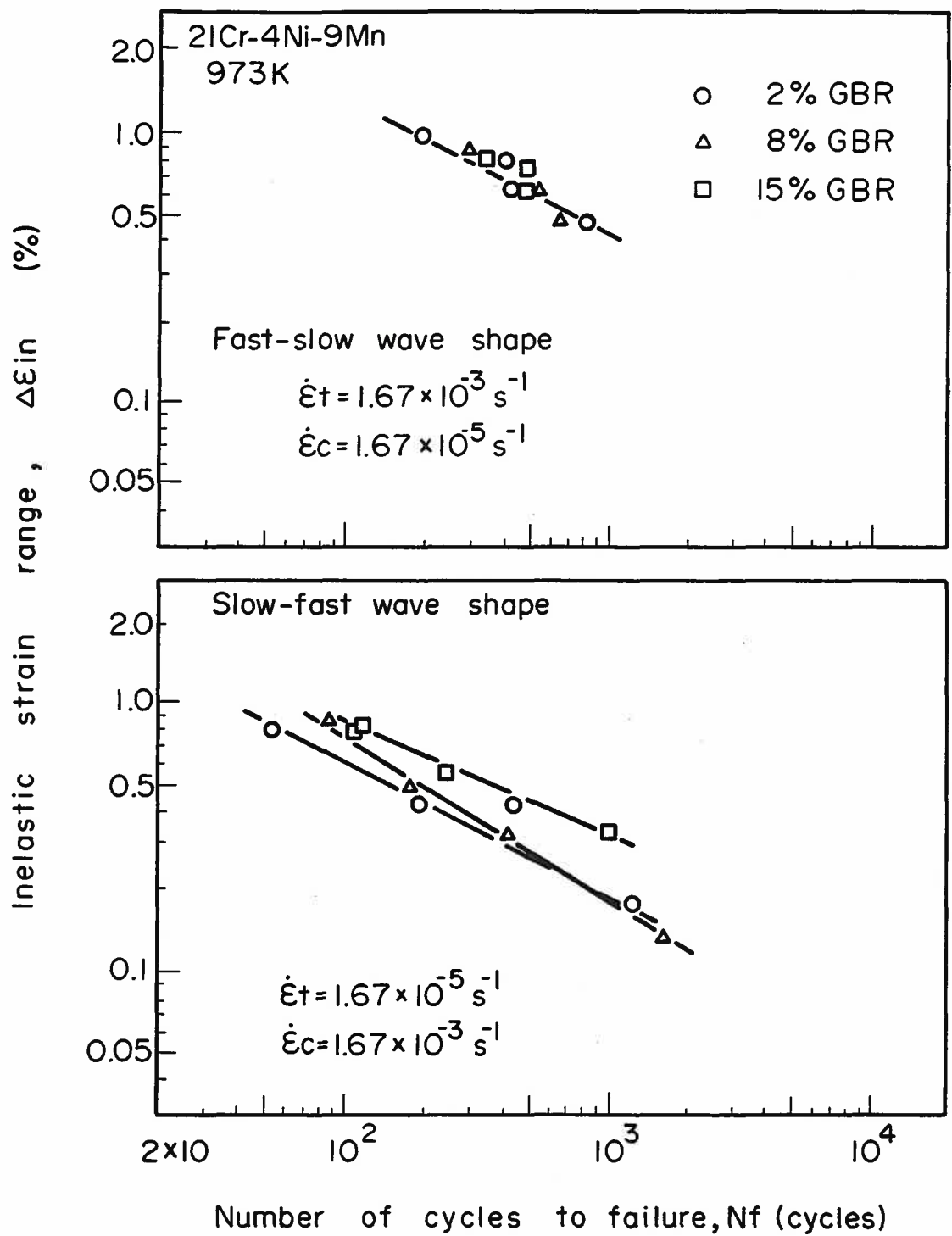


図6-6 高速—低速および低速—高速波形における非弾性ひずみ範囲 $\Delta \epsilon_{in}$ と疲労寿命の関係

を比較しても、高速—高速および低速—低速波形では 8%GBR材で疲労寿命が最も長い。高速—低速波形における $\Delta \varepsilon_{in} - N_f$ 関係では、疲労寿命に粒界反応の影響はほとんどない。低速—高速波形については、15%GBR材で多少長寿命になる傾向がみられるが、粒界反応の影響はあまり大きくない。

これらの結果から、粒界反応を生じさせて結晶粒界をジグザグ化させた効果は、対称三角波形を用いた疲労で著しく、疲労強度をかなり改善することがわかる。また、一般のオーステナイト系 SUS304 鋼 [1,16] などとは異なり、四種類の疲労波形のうちで高速—高速波形で最も長寿命になる傾向はなかった。これは、試験時間の長い繰返し波形あるいは試験条件の場合ほど、試験中に粒内析出物が多量に起こるなどの、組織変化が生じることに関係すると思われる。

つぎに、図6-7 に低速—低速、低速—高速および高速—低速波形の破断時間と非弾性ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_{in}$ の関係を示した。高速—低速波形に比べて低速—低速および低速—高速波形の破断時間はかなり短い。一般に、引張行程のひずみ速度が低速の波形では、疲労寿命が短くなる傾向があるが [1]、本研究においても同様の結果になる。また、2%GBR材でとくに短寿命になる傾向がみられる。

図6-8 に、粒界反応の発生に伴って疲労強度が著しく改善された、対称三角波形の疲労寿命へのひずみ速度の影響を示した。ひずみ速度は、クリープひずみが生じない $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ から、多量のクリープひずみが生じるとみられる $1.67 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ まで変化した。8%GBR 材の疲労寿命は、すべてのひずみ速度条件下で、最も長い。15%GBR材の疲労寿命は 8%GBR 材のそれよりも短い、ひずみ速度依存性は小さく、ひずみ速度が低下しても疲労寿命はあまり減少しない。一方、2%GBR 材ではひずみ速度の低下に伴って疲労寿命は著しく減少し、低ひずみ速度の条件下では最も短寿命になる。

図6-9 に対称波形において発生した、非弾性ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_{in}$ のひずみ速度依存性への粒界反応の影響を示した。 $\Delta \varepsilon_{in}$ はひずみ速度の低下に伴って増加する傾向がみられる。また、 $\Delta \varepsilon_{in}$ は 8%GBR 材では 15%GBR 材などに比べて少し小さい。図6-10 に $\Delta \varepsilon_{in}$ をひずみ範囲分割法に基づいて分割した結果を示した。 $\Delta \varepsilon_{pp}$ は 15%GBR 材において高ひずみ速度条件下で大きく生じる傾向があるが、ひずみ速度が低下すると三試料ともほぼ同じ値になる。 $\Delta \varepsilon_{cc}$ には粒界反応の影響が大きく現れ、8%GBR 材で最も小

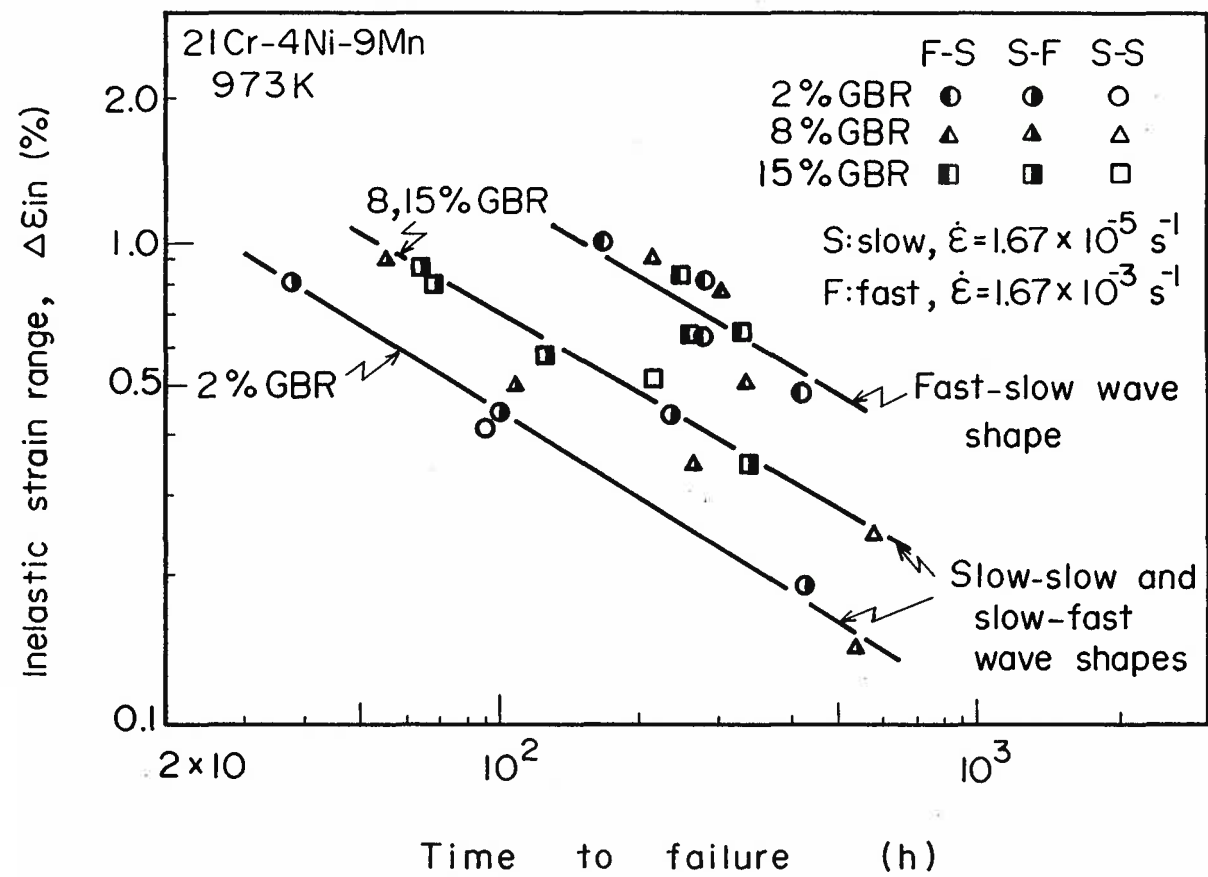


図6-7 各波形の疲労における破断時間と非弾性ひずみ範囲の関係

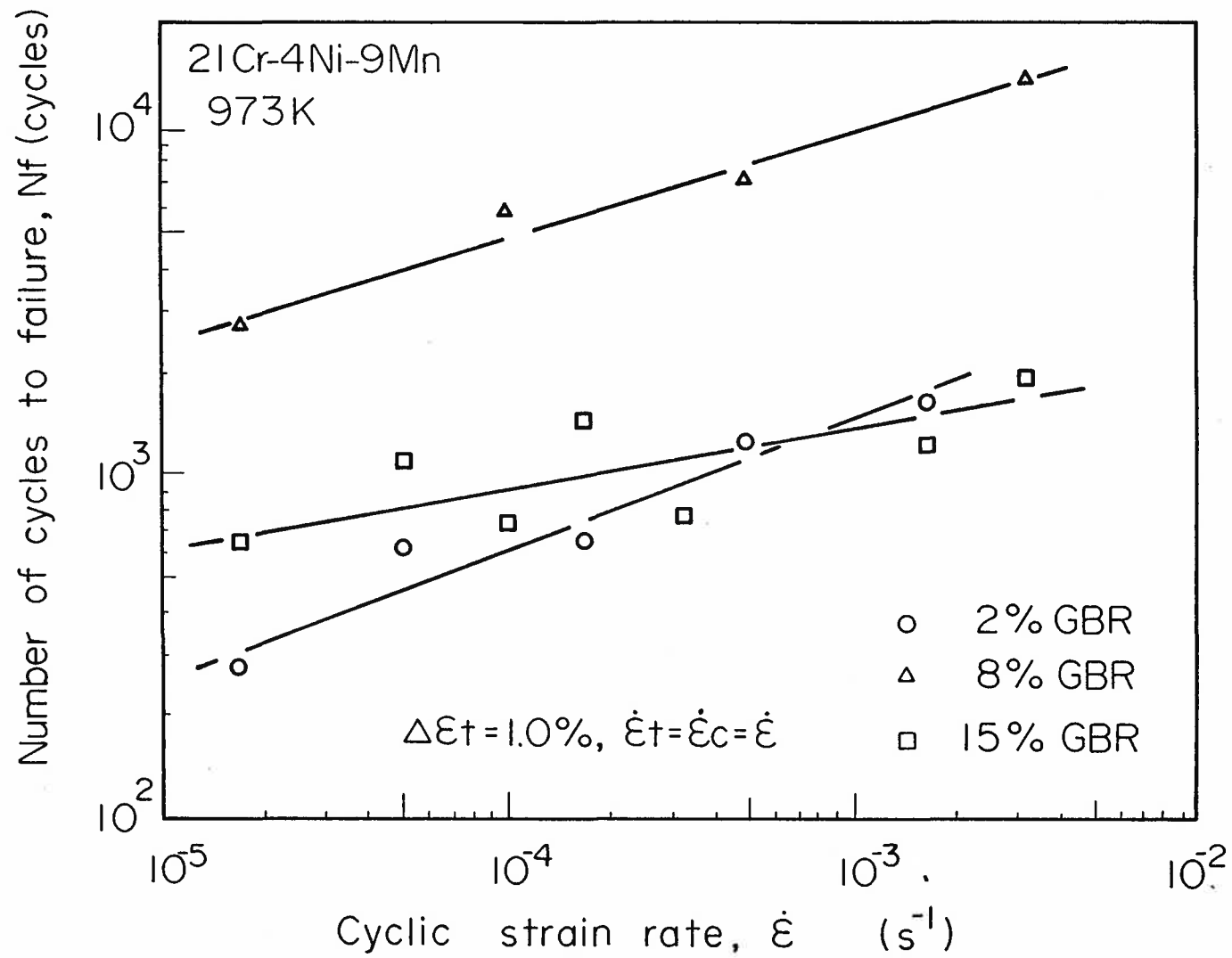


図6-8 疲労寿命の繰返しひずみ速度依存性への粒界反応量の影響

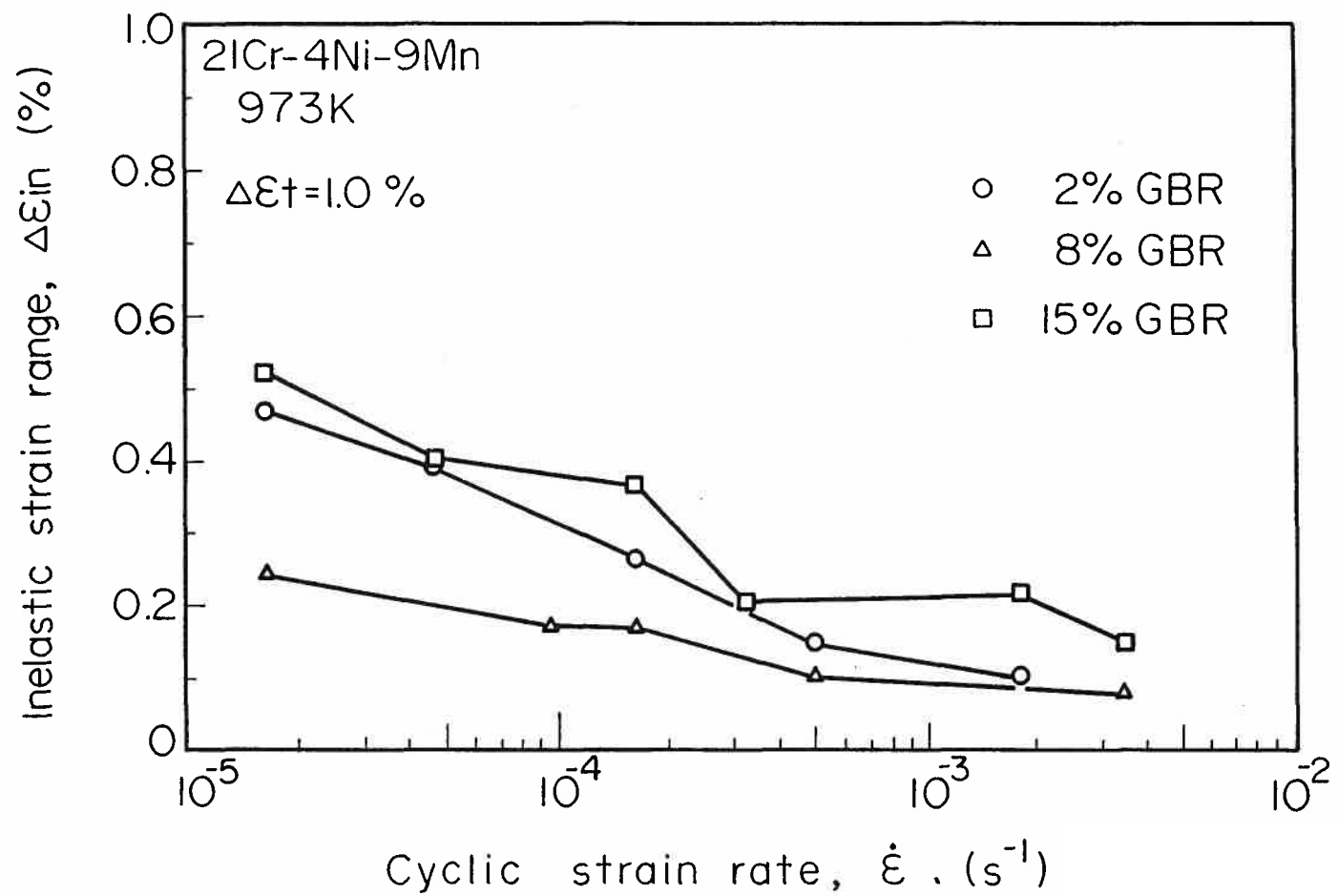


図6-9 発生した非弾性ひずみ範囲のひずみ速度依存性への粒界反応量の影響

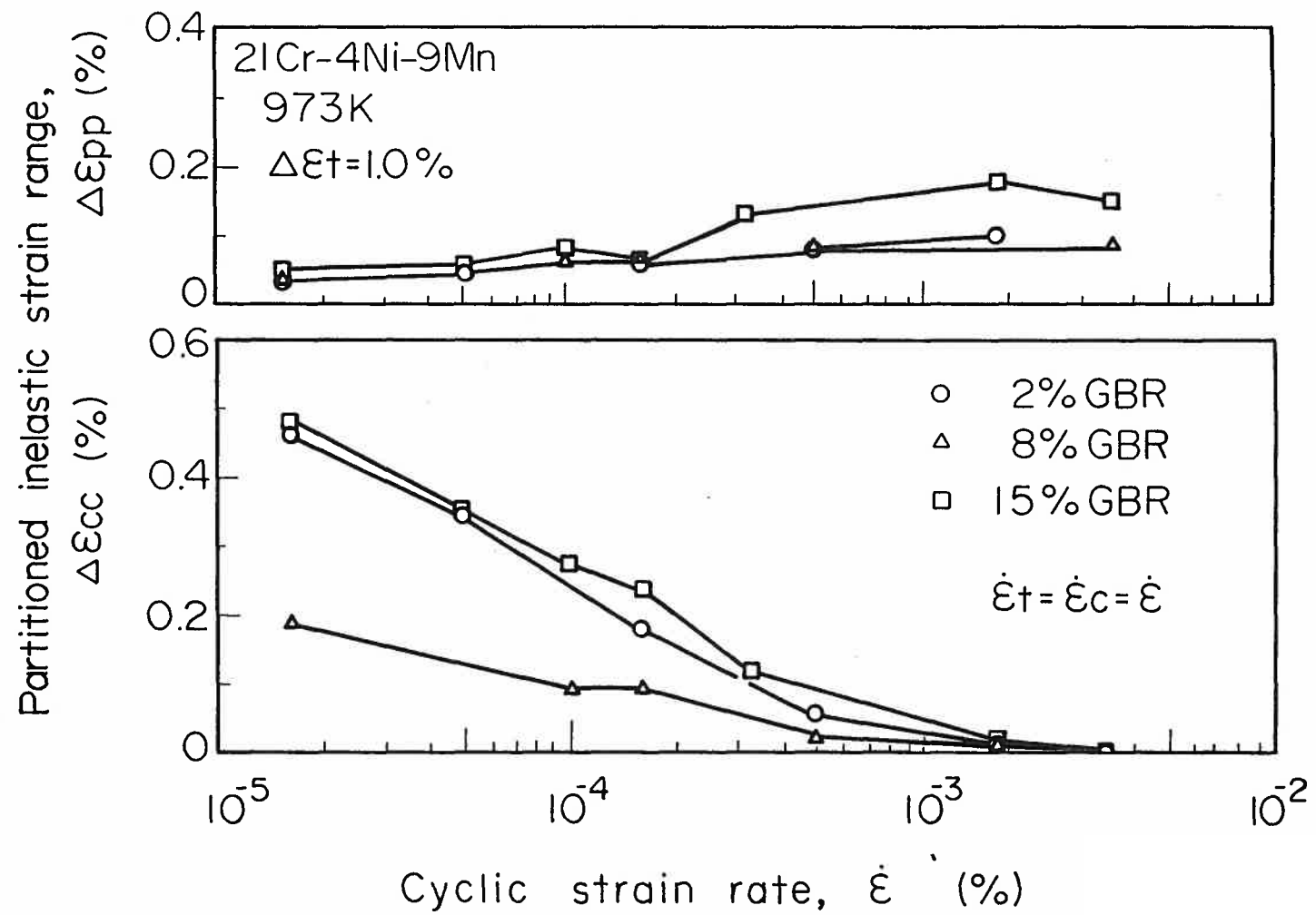


図6-10 分割された非弾性ひずみ範囲のひずみ速度依存性への粒界反応量の影響

さい。

6-3-2 組織観察

写真6-2 に高速—高速波形で破断した 8%GBR材の残存き裂の形態を示した。 高速—高速波形においては、破壊は試料表面に発生したき裂が伝ばして生じる。き裂は最初結晶粒内を伝ばするが、表面から少し内部に入ったところから結晶粒界を伝ばするようになる。このような破壊様式の遷移は、 2%GBR 材および 15%GBR 材にもみられた。 写真6-3 に高速—高速波形で破断した試料の、中心部付近の破面の様相を示した。 写真 6-3(a) の 2%GBR材の破面は明瞭な粒界破面である。8%GBR 材においても粒界破面がみられるが、破面上には小さな凹凸が多くみられる (写真 6-3(b))。 これに対して、15%GBR材では、粒界破壊した領域もみられるが、写真 6-3(c) のような平坦な粒内破壊した領域が多くみられる。

低速—低速波形においては、破壊は試料表面から発生した粒界き裂が伝ばして生じた。 写真6-4 に低速—低速波形によって破断した試料の破面様相を示した。直線状粒界をもつ 2%GBR 材においては、明瞭な粒界破面がみられる (写真 6-4(a))。一方、8%GBR 材では、写真 6-4(b) のように、小さな凹凸の多い粒界破面と粒内破壊の部分とみられる平坦な領域が混合して生じる。また、15%GBR材では、この粒内破壊の部分と思われる平坦な領域がさらに多くなる (写真 6-4(c))。

写真6-5 に低速—高速波形によって破断した 8%GBR 材の、光顕組織と走査電顕組織を示した。 破壊は試料表面から生じた粒界き裂と、試料内部の粒界三重点などに形成された粒界き裂が、合体して生じると思われる。 破面の様相は各試料とも低速—低速波形のそれと類似している。 しかし、粒界き裂の形態にひずみ波形の特徴がみられ、低速—低速波形においては、幅の広い粒界き裂が生じている (写真 6-5(a))。 写真6-6 に高速—低速波形によって破断した 8%GBR材の残存き裂を示した。 破壊は試料表面に発生したき裂が伝ばして生じると考えられる。 き裂は試料表面近傍では結晶粒内を伝ばするが、途中で結晶粒界を伝ばするようになる。 また、破面の様相は高速—高速波形の場合とはほぼ同様である。

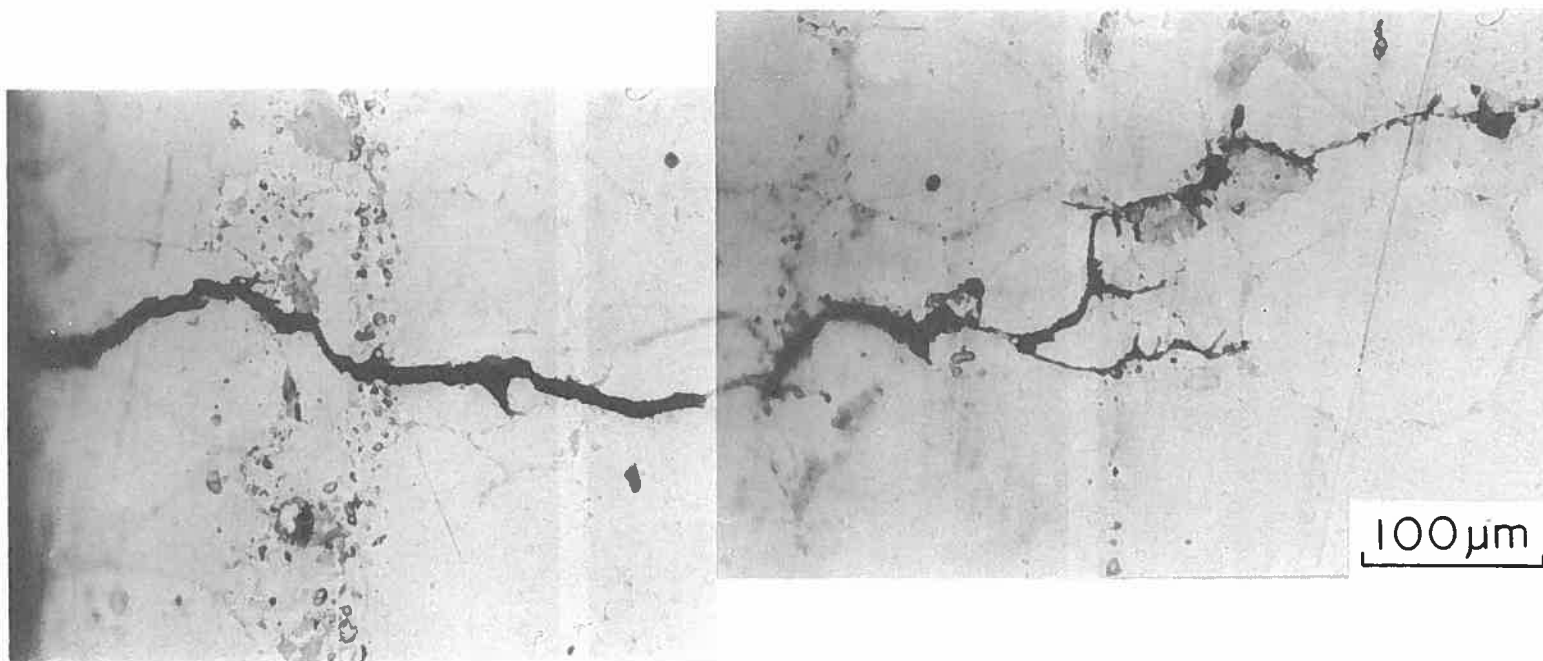


写真6-2 高速—高速波形によって破断した 8%GBR材の残存き裂
($\Delta \epsilon_t = 1.5\%$ 、 $\dot{\epsilon}_t = \dot{\epsilon}_c = 3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)

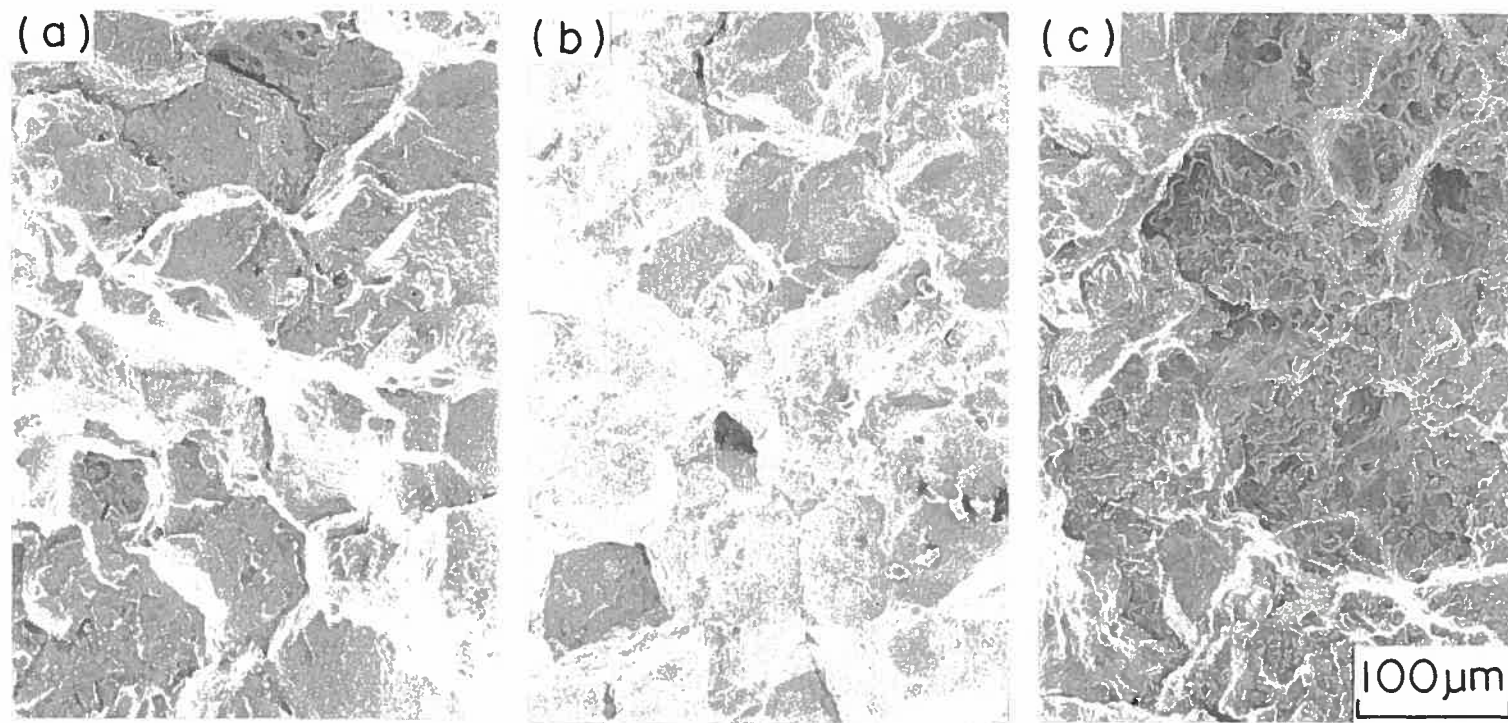


写真6-3 高速—高速波形によって破断した試料の破面様相 ($\Delta \epsilon_t = 1.5\%$ 、 $\dot{\epsilon}_t = \dot{\epsilon}_c$
 $= 3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) (a) 2%GBR 材 (b) 8%GBR材 (c) 15%GBR材

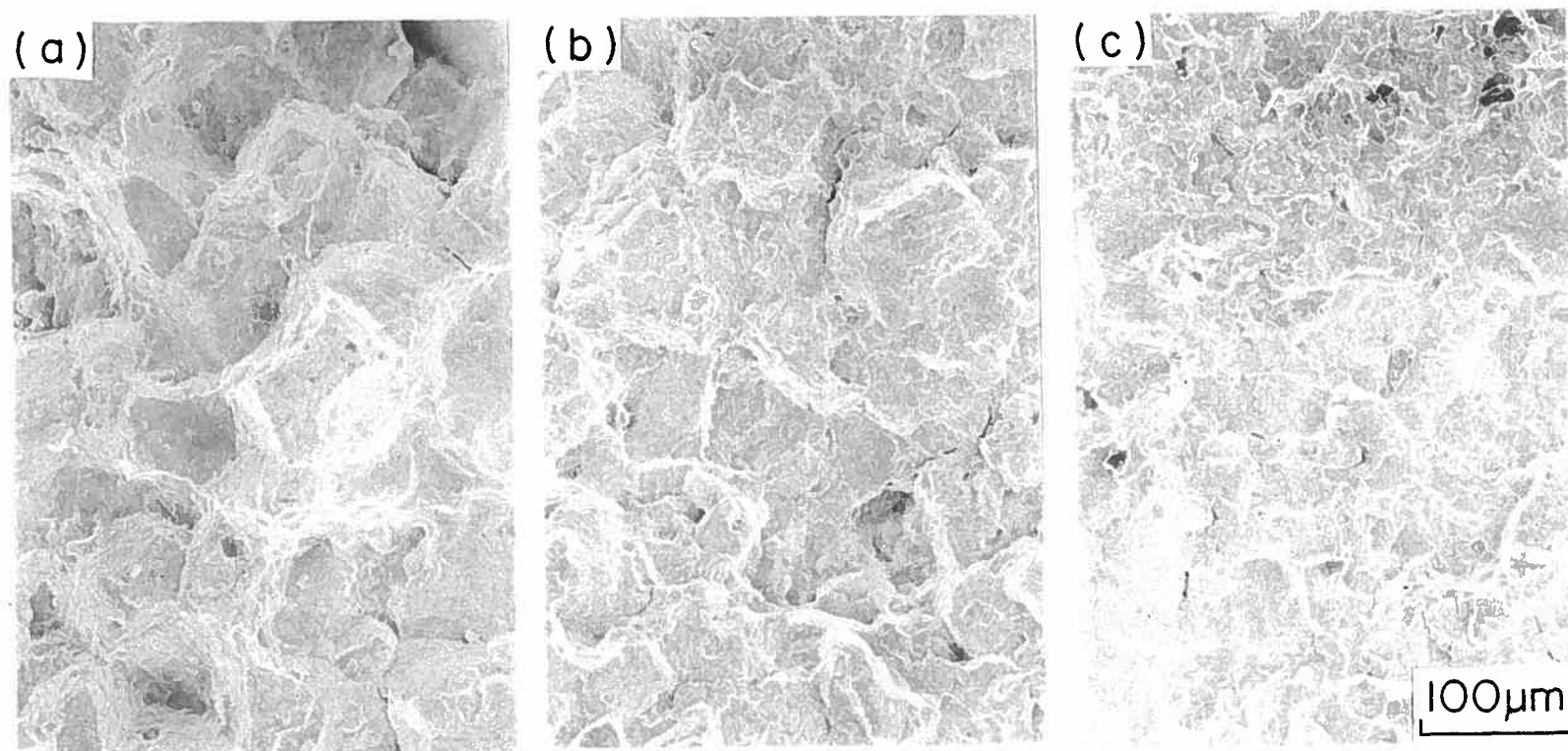


写真6-4 低速—低速波形によって破断した試料の破面様相 ($\Delta \epsilon_t = 1.5\%$ 、 $\dot{\epsilon}_t = \dot{\epsilon}_c = 1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) (a) 2%GBR材 (b) 8%GBR材 (c) 15%GBR材

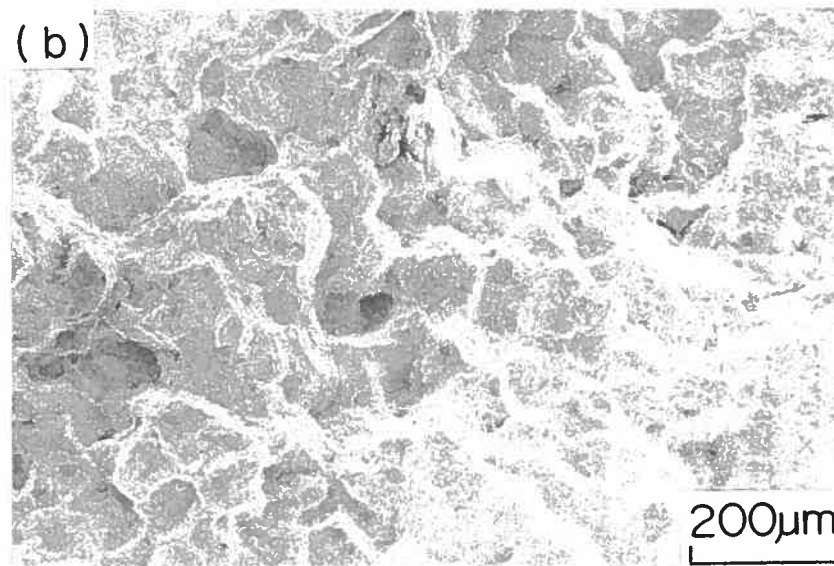
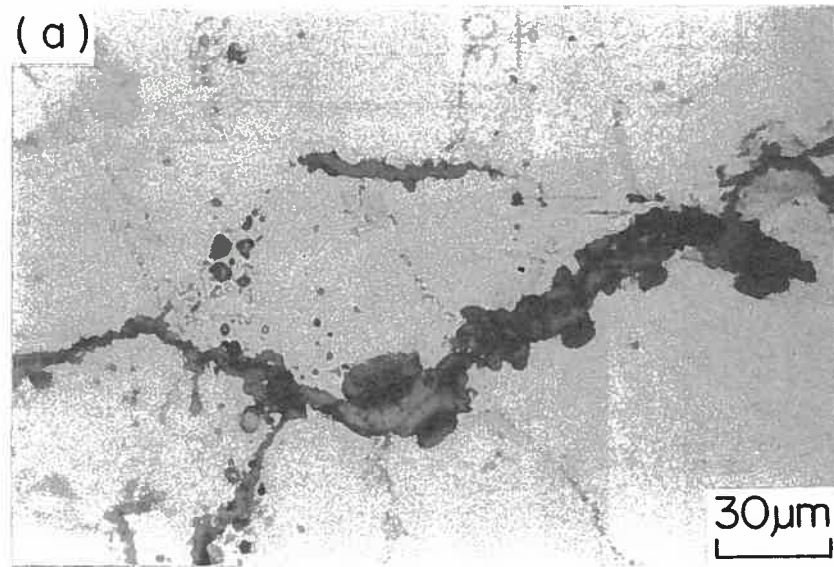


写真6-5 低速—高速波形によって破断した 8%GBR材の微細組織 ($\Delta \epsilon_t = 1.5\%$ 、 $\dot{\epsilon}_t = 1.67 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 、 $\dot{\epsilon}_c = 1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)

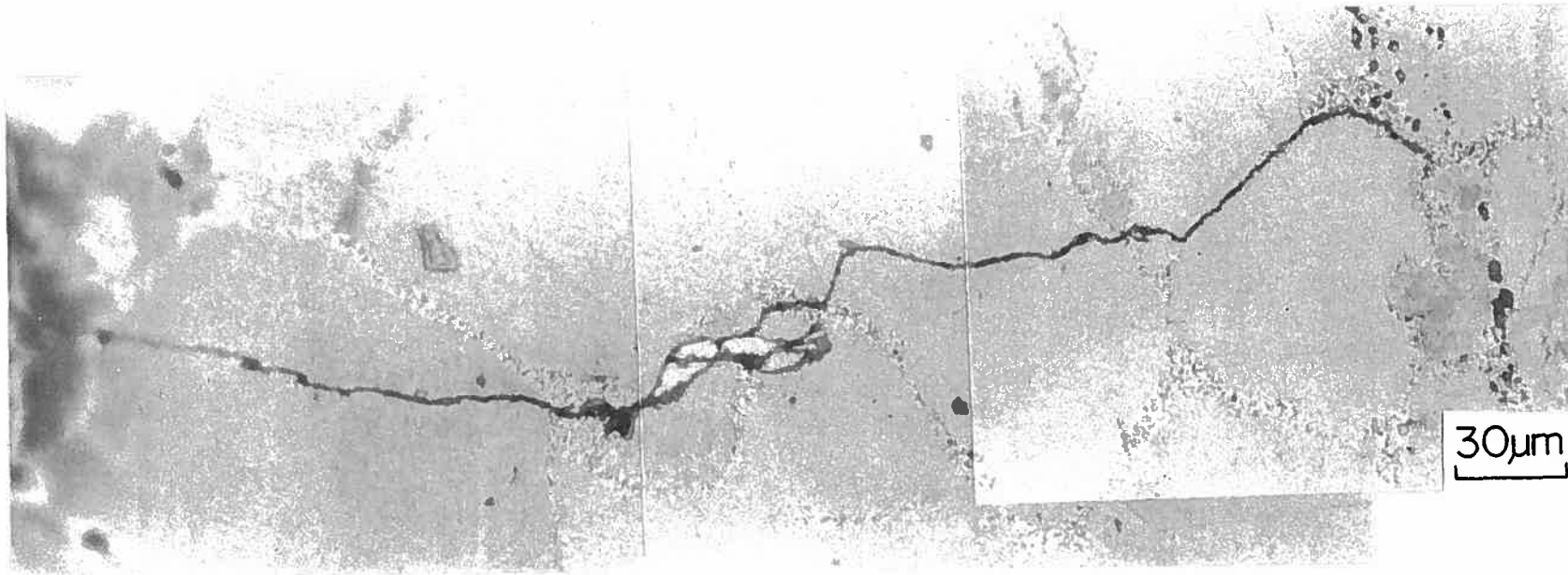


写真6-6 高速—低速波形によって破断した 8%GBR材の残存き裂 ($\Delta \varepsilon_t = 1.75\%$ 、
 $\dot{\varepsilon}_t = 1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 、 $\dot{\varepsilon}_c = 1.67 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)

6-4 考察

6-4-1 ひずみ範囲分割法に基づく疲労寿命の検討

分割された各非弾性ひずみ範囲と疲労寿命の関係を Conventional damage rule [1] に従って求めた。基礎式は次のとおりである。

$$\frac{1}{N_f} = \frac{1}{N_{pp}} + \frac{1}{N_{ij}} \quad (6-1)$$

ここで、 N_f は低速—低速、 低速—高速波形を用いた試験における疲労寿命、 N_{pp} は $\Delta \varepsilon_{pp}$ に対する高速—高速波形の疲労寿命である。

図6-11 に $\Delta \varepsilon_{pp}$ とそれに対応する疲労寿命 N_{pp} 、 および $\Delta \varepsilon_{cc}$ とそれに対応する疲労寿命 N_{cc} の関係を示した。 $\Delta \varepsilon_{pp} - N_{pp}$ 関係は高速—高速波形における $\Delta \varepsilon_{in} - N_f$ 関係と同一である。 この場合、疲労寿命は 8%GBR 材で最も長寿命になる。各試料の $\Delta \varepsilon_{pp} - N_{pp}$ 関係は次式で与えられる。

$$\left. \begin{aligned} \Delta \varepsilon_{pp} \cdot N_{pp}^{0.82} &= 0.46 & (2\% \text{GBR材}) \\ \Delta \varepsilon_{pp} \cdot N_{pp}^{0.64} &= 0.33 & (8\% \text{GBR材}) \\ \Delta \varepsilon_{pp} \cdot N_{pp}^{0.80} &= 0.69 & (15\% \text{GBR材}) \end{aligned} \right\} \quad (6-2)$$

$\Delta \varepsilon_{cc} - N_{cc}$ 関係においては 15%GBR 材で最も長寿命になる。各試料の寿命関係は次式で与えられる。

$$\left. \begin{aligned} \Delta \varepsilon_{cc} \cdot N_{cc}^{0.42} &= 0.033 & (2\% \text{GBR材}) \\ \Delta \varepsilon_{cc} \cdot N_{cc}^{0.39} &= 0.043 & (8\% \text{GBR材}) \\ \Delta \varepsilon_{cc} \cdot N_{cc}^{0.39} &= 0.057 & (16\% \text{GBR材}) \end{aligned} \right\} \quad (6-3)$$

図6-12に $\Delta \varepsilon_{pc} - N_{pc}$ および $\Delta \varepsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係を示した。 $\Delta \varepsilon_{pc} - N_{pc}$ 関係には粒

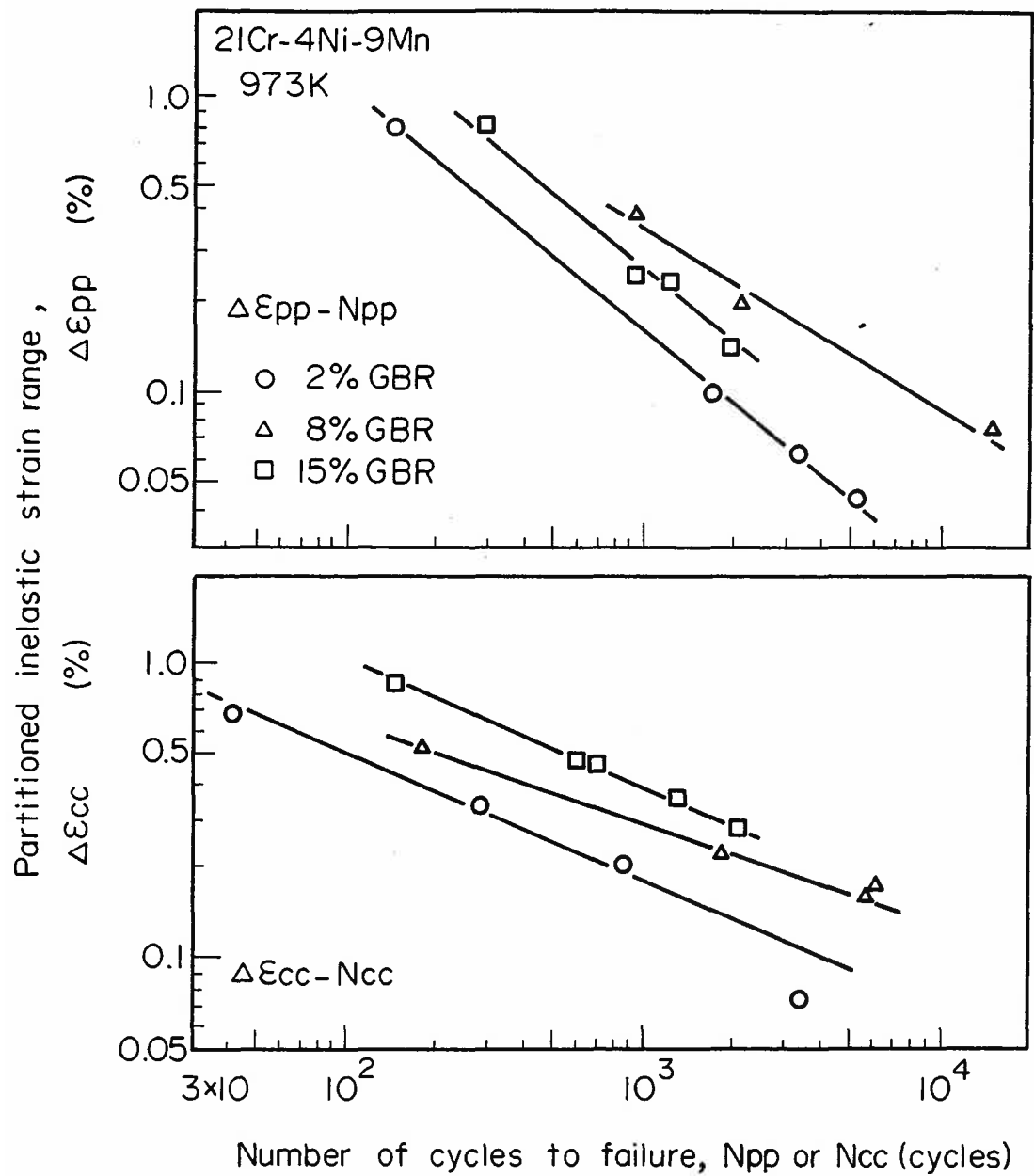


図6-11 ひずみ範囲分割法に基づいた疲労寿命と非弾性ひずみ成分の関係

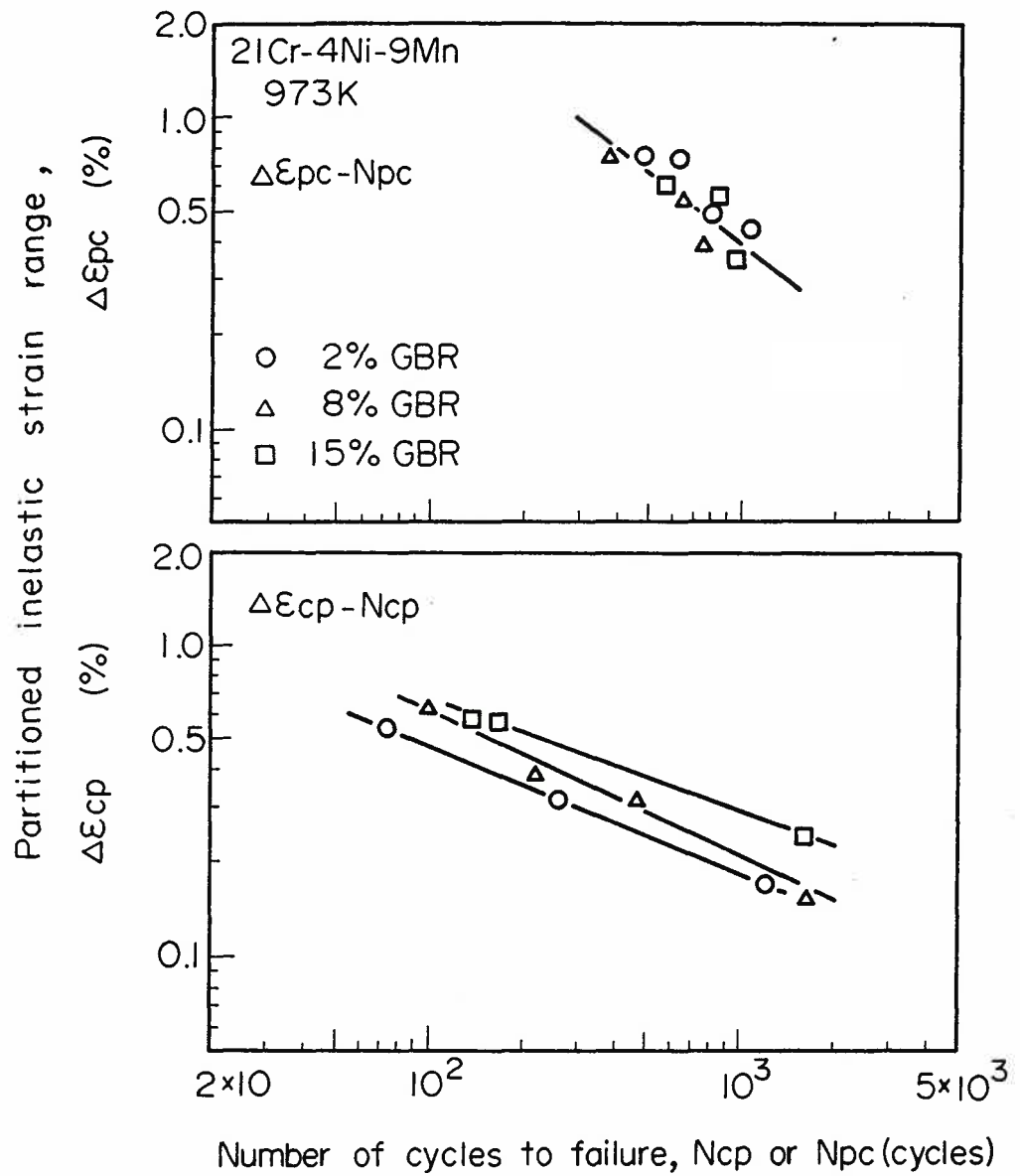


図6-12 ひずみ範囲分割法に基づいた疲労寿命と非弾性ひずみ成分の関係

界反応量の影響がほとんどみられず、三試料の疲労寿命は次式で示すことができる。

$$\Delta \varepsilon_{pc} \cdot N_{pc}^{0.79} = 0.93 \quad (2\%, 8\%, 15\% \text{ GBR 材}) \quad (6-4)$$

しかし、 $\Delta \varepsilon_{cp} \cdot N_{cp}$ 関係には粒界反応の影響が生じ、各試料で次式のような関係が得られる。

$$\left. \begin{aligned} \Delta \varepsilon_{cp} \cdot N_{cp}^{0.39} &= 0.030 && (2\% \text{ GBR材}) \\ \Delta \varepsilon_{cp} \cdot N_{cp}^{0.39} &= 0.037 && (8\% \text{ GBR材}) \\ \Delta \varepsilon_{cp} \cdot N_{cp}^{0.37} &= 0.041 && (15\% \text{ GBR材}) \end{aligned} \right\} \quad (6-5)$$

このように、低速—高速波形においては、粒界形状をジグザグ化した 8%GBR材と 15%GBR材の方が、直線状粒界をもつ 2%GBR材よりも疲労寿命が多少長い。

6-4-2 非弾性ひずみ範囲について

非弾性ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_{in}$ が 8%GBR材よりも 15%GBR 材において大きかった原因としては、粒界反応ノジュールの降伏応力が母相のそれよりも低いため、クリープ抵抗が粒界反応量の増加に伴って低下すること [7] などが考えられる。

さらに、高温疲労条件下の変形挙動にはクリープ・塑性の相互作用が生じる可能性がある [18]。しかし、これに関しては系統的な研究はほとんどないため、詳細に検討することはできない。さらに、本研究で用いた 21Cr-4Ni-9Mn 鋼は母相と粒界反応ノジュールの二相組織をもつため、クリープ・塑性の相互作用はさらに複雑になると思われる。

6-4-3 粒界反応による高温疲労強度の改善について

写真6-7 に、粒界反応の発生による疲労寿命の改善が著しい、低速—低速波形における 2%GBR材と 15%GBR 材の破断後の組織を示した。写真 6-7(a),(c) の 2%GBR材では、疲労き裂は結晶粒界を伝ばするため、破面は粒界破面となる。これに対して、写真 6-7(b),(d)

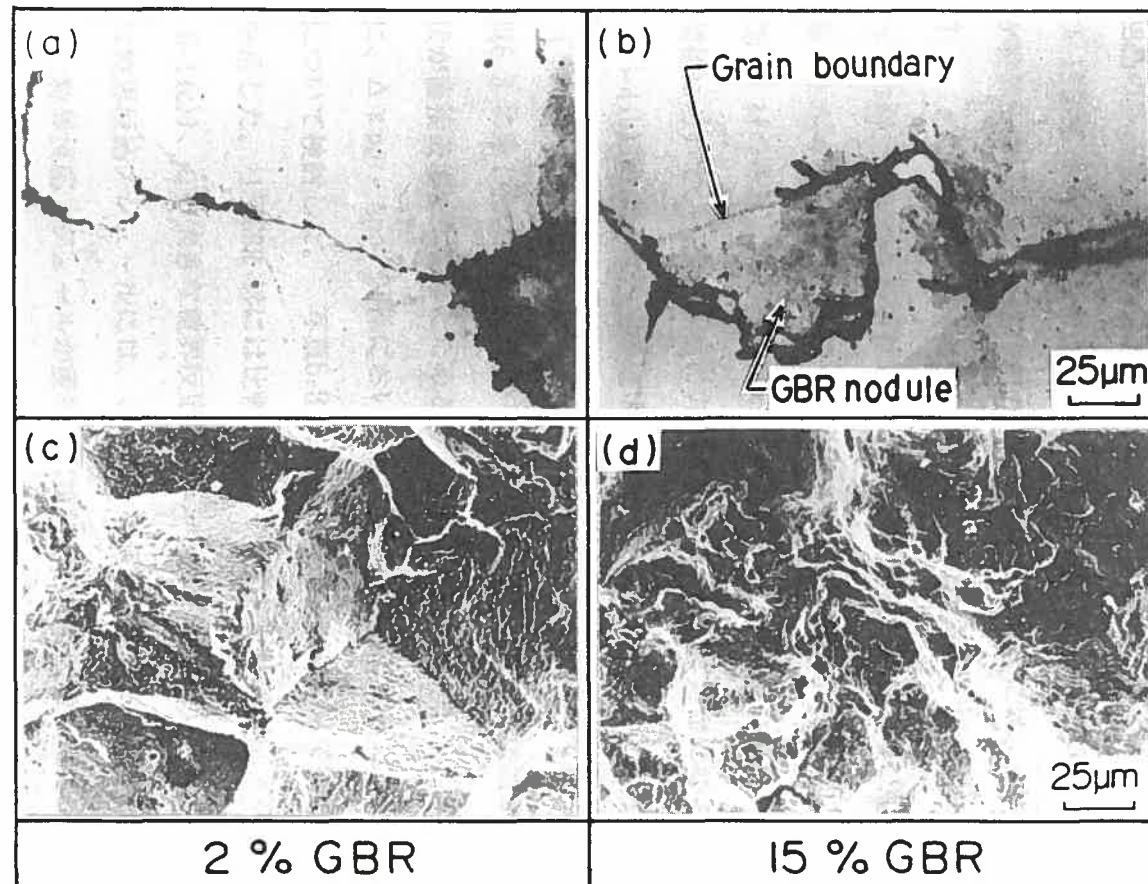


写真6-7 低速—低速波形によって破断した試料の微細組織 ($\Delta \epsilon_t = 1.0\%$ 、 $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) (a)(c) 2%GBR材 (b)(d) 15%GBR材

の 15%GBR 材では、疲労き裂はジグザグ化した結晶粒界、および母相と粒界反応ノジュールの界面を伝ばする。粒界反応ノジュールと隣接する結晶粒の母相の結晶方位は同じであり、一方、粒界反応ノジュールとその前方の結晶粒では結晶方位は異なっている [19]。すなわち、き裂はこの界面を優先的に伝ばする。その結果、ぜい性的な粒界破面とは異なった、凹凸の多い破面様相が生じると思われる。写真6-2 の 8%GBR材や写真6-3 の 8%GBR材および 15%GBR 材の破面は、このような破壊機構によって生じると考えられる。

破壊が粒界反応ノジュールと母相の界面から生じる場合には、大きな塑性変形が必要となる [7]。また、これまでの研究から明らかなように、粒界形状をジグザグ化すると粒界すべりの発生が抑制されるため [3,7]、粒界三重点でくさび型粒界き裂の発生が抑制されることが考えられる。これらの機構によって、8%GBR 材および 15%GBR 材の疲労寿命が 2%GBR 材のそれよりも長くなると考えられる。また、 $\Delta \varepsilon_{cc} - N_{cc}$ および $\Delta \varepsilon_{cp} - N_{cp}$ 関係において、15%GBR 材の方が 8%GBR材よりも長寿命になるのは、15%GBR 材の方が写真 6-4(b) のような形態の破壊が量的に多く生じるためと考えられる。さらに、 $\Delta \varepsilon_{pp} - N_{pp}$ 関係においても、8%GBR 材および 15%GBR 材で疲労寿命が改善されるのは、写真6-3 に示したように、高速—高速波形の疲労でも粒界破壊が生じやすく、結晶粒界の性状が直接破壊に影響したためと考えられる。

つぎに、 $\Delta \varepsilon_{pp} - N_{pp}$ 関係においては、15%GBR 材よりも 8%GBR材でより長寿命になる理由について検討した。写真6-8 に高速—高速波形によって破断した試料の破面近傍の組織を示した。15%GBR 材には比較的大きく成長した粒界反応ノジュールがみられたが(写真 6-1(c))、この大きな粒界反応ノジュールで破壊が生じている。8%GBR材にみられた小さな粒界反応ノジュールには、このようなき裂は観察されなかった。すなわち、大きく成長した粒界反応ノジュールが疲労中に試料の内部で破壊を起こすことが、15%GBR 材の $\Delta \varepsilon_{pp} - N_{pp}$ 関係を低下させた原因と考えられる。写真 6-3(c) に示した 15%GBR 材の破面には平坦な粒内破面が観察されたが、その領域は粒界反応ノジュールからの内部き裂が原因となって生じたと考えられる。

非対称三角波形を用いた疲労では、疲労寿命への粒界反応の影響は小さかった。非対称三角波形においては、疲労中に粒界すべりが一方向に急速に蓄積すると考えられる [20,

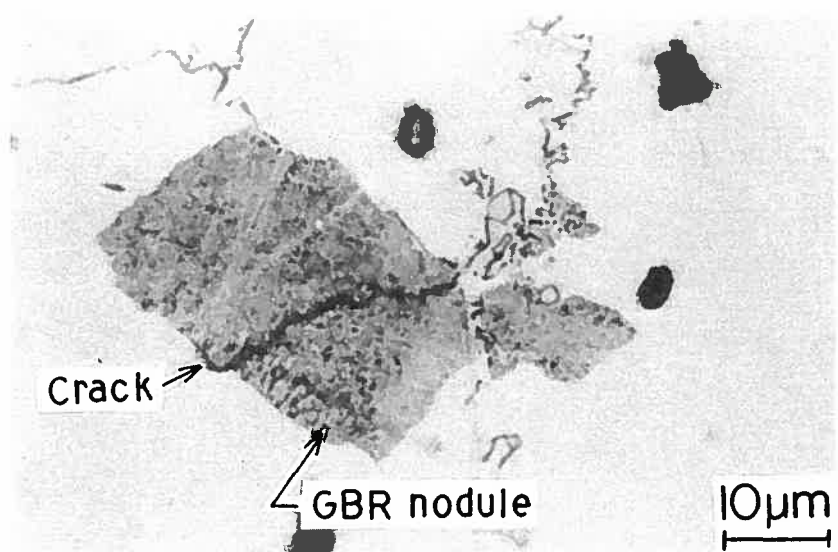


写真6-8 高速—高速波形において生じた粒界反応ノジュール内部のき裂
($\Delta \epsilon t = 1.5\%$ 、 $\dot{\epsilon} = 3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)

21]。低速—高速波形においては、写真6-5 に示したように、試料内部に粒界き裂が生じたり、幅の広い粒界き裂が生じており、結晶粒界は大きな損傷を受けることがわかる。このことから、低速—高速波形においては粒界形状をジグザグ化しても粒界すべりを十分に抑制できないと考えられる。つぎに、高速—低速波形においては、高速—高速波形でみられたような、粒界反応ノジュールの内部でのき裂が観察された。したがって、引張方向への急速な塑性ひずみの蓄積や粒界反応ノジュールの破壊などによって、粒界反応による疲労強度の改善が十分に行えなかったと思われる。非対称三角波形の疲労において粒界形状のジグザグ化が粒界すべりを十分に抑制できなかった原因のひとつとして、材料の粒内強度が十分に高くないことが考えられる [22]。すなわち、非対称三角波形ではき裂の発生時期が早いため [23]、粒内析出による結晶粒内の強化が十分に行われる前に粒界すべりが蓄積されてき裂が発生することが考えられる。山本らは [3]、粒内析出を生じさせた Ni 基超合金を用いて疲労寿命への粒界形状ジグザグ化の影響を検討し、非対称三角波形においても粒界形状のジグザグ化は疲労寿命を有効に改善することを報告した。したがって、粒内析出を十分に生じさせて結晶粒内の強度を向上させれば、21Cr-4Ni-9Mn 鋼においても非対称三角波形の疲労強度をかなり改善できると思われる。

6-5 小括

内燃機関用排気弁鋼として汎用されているオーステナイト系 21Cr-4Ni-9Mn 鋼を用い、粒界反応によって生じる粒界形状のジグザグ化が、高温低サイクル疲労強度をどの程度改善するかについて調べた。得られた結果の要約を次に示す。

(1) 粒界反応を利用して結晶粒界をジグザグ化したところ、高速—高速および低速—低速の対称三角波形を用いた高温疲労において、疲労強度が大きく改善された。非対称三角波形を用いた疲労においては、低速—高速波形において疲労強度が多少改善されたが、対称三角波形の場合ほど大きな効果はなかった。

(2) 粒界反応の発生を利用して粒界形状をジグザグ化すると、破壊はジグザグ状の結晶

粒界および粒界反応ノジュールと母相の界面で生じるようになり、直線状粒界で生じるようなぜい性的な粒界破壊の発生は抑制された。このような破壊形態の変化は、粒界形状ジグザグ化による粒界すべりの抑制効果とともに、疲労強度改善のおもな要因と考えられる。

(3) 粒界反応を面積率で約 8% 生じさせた試料で高温疲労強度が最も改善された。これは、8% 程度の粒界反応量でも結晶粒界が十分にジグザグ化すること、および粒界反応を多量に生じさせると大きく成長した粒界反応ノジュールが、塑性ひずみによって試料内部で破壊を起こして疲労強度を低下させることがおもな原因と考えられる。したがって、疲労寿命を改善するには粒界反応量を適量におさえ、粒界形状ジグザグ化の効果を有効に利用することが重要である。

参考文献

- (1) 日本鉄鋼協会高温強度研究委員会：ひずみ範囲分割法による 18Cr-8Ni 鋼の高温低サイクル疲労特性の検討，(1981)，p.17 〔日本鉄鋼協会〕
- (2) K.Yamaguchi and K.Kanazawa: Met. Trans. A, 11A(1980)，p.1691
- (3) 山本優，堀内康，宮川大海，藤代大：鉄と鋼，69(1983)，p.97
- (4) 飯塚博，多田勝美，田中学，葦原文夫，恵良修治：第93回秋期全国大会講演前刷集，(1983)，p.429
- (5) 山口弘二，金沢健二：材料，28(1979)，p.965
- (6) 松尾孝，大村圭一，田中良平：鉄と鋼，71(1985)，p.1009
- (7) 田中学，宮川大海，坂木庸晃，藤代大：鉄と鋼，65(1979)，p.939
- (8) 飯塚博，田中学，宮川大海，藤代大：日本機械学会論文集(A編)，51(1985)，p.2569
- (9) M.Otsuka and R.Horiuchi: Proc. of 7th Int. Conf. of Strength of Metals and Alloys, 1(1985)，p.635

- (10) 堀茂徳, 佐治重興: 日本金属学会報, 20(1981), p.863
- (11) 山崎道夫: 日本金属学会報, 30(1966), p.1032
- (12) 藤田春彦, 田中学, 坂木庸晃: 鉄と鋼, 67(1981), p.784
- (13) S.S.Manson: ASTM STP 520, (1973), p.744
- (14) G.R.Halford, M.H.Hirshberg and S.S.Manson: ASTM STP 520, (1973), P.658
- (15) 山口弘二, 金沢健二: 鉄と鋼, 66(1980), p.1160
- (16) 平川賢爾, 時政勝行: 材料, 28(1979), p.386
- (17) 田中学, 宮川大海, 坂木庸晃, 藤代大: 日本金属学会誌, 40(1976), p.543
- (18) 日本材料学会高温強度部門委員会非弾性解析法調査作業グループ: 第23回高温強度シンポジウム前刷集, (1985), p.10
- (19) 渡辺亮治: 合金の析出 (幸田成康監修), (1972), p.232 [丸善]
- (20) 平修二, 藤野宗昭, 吉田稔: 材料, 27(1978), p.447
- (21) 大谷隆一: 日本金属学会報, 22(1983), p.190
- (22) 宮川大海, 小林光征, 山本優: 学振 123委研究報告, 13(1972), p.31
- (23) 田中学, 飯塚博: 日本機械学会論文集(A編), 52(1986), p.7

7-1 緒言

クリープおよびクリープ・疲労の重畳条件下では、おもな損傷は結晶粒界に生じることが多い。とくに、比較的高応力のクリープや低ひずみ速度の高温低サイクル疲労条件下では、 r 型空洞の生成・合体という破壊機構よりも、粒界三重点に発生したくさび型き裂が成長・合体して破断に至る場合が多い [1-6]。このくさび型き裂は、粒界すべりが粒界三重点で阻止されて生じる、応力集中によって発生することが知られている [1, 2]。McLean [7] は、Stroh [8] の計算結果を用いて、すべりが止められた場合、すべり帯の先端でくさび型き裂が発生するための条件式を導いた。この条件式は粒界三重点での、くさび型き裂発生を定性的に検討する際によく引用されている [9, 10]。しかし、高温でのクリープおよびクリープ・疲労の重畳条件下においては、原子拡散や、結晶粒の塑性変形による塑性緩和などの回復現象 [11, 12] が活発化するため、粒界三重点での応力集中は低下する。これらの現象には結晶粒径などの材料学的因子も影響する [13]。したがって、高温条件下におけるくさび型き裂の発生への結晶粒径や粒界形状のジグザグ化の影響を検討するには、回復による応力緩和を考慮する必要がある。

森ら [14] および松浦 [15] は、それぞれ、球状介在物を含む金属材料の静的および動的回復の問題について、母相の塑性変形によって生じた介在物界面でのミスフィット転位の上昇運動に注目し、微視力学モデルを用いた解析を行った。さらに、森ら [16] は最近、原子拡散による動的回復の影響を考慮した微視力学モデルを用いて、第二相粒子による粒界すべりの阻止効果について解析を行った。この微視力学モデルは Eshelby の等価介在物の手法 [17-19] を用いた連続体力学モデルであり、原子拡散による回復の効果を、物理的意味があいまいなパラメータを含めずに、比較的容易に考慮できる特長がある [11, 16]。また、著者らのグループは、第二相粒子を含む材料の高温変形 [11, 20] および高温条件下における第二相粒子と母相間の剥離 [21, 22] の問題を、同様の微視力学モデルを用いて取り扱った。さらに、坂木 [23] は、結晶粒界を偏平な円体介在物としてモデル化し、材料の内部摩擦への結晶粒界の影響を検討した。このモデルを応用すると、粒界すべりが粒界三重点に蓄積されて生じる内部応力は、Eshelby の手法を用いて容

易に求めることができる [24, 25] 。

そこで本研究では、この微視力学モデルを用いて粒界三重点でのき裂発生について、原子拡散による回復の効果を考慮した解析を行った。まず、高温クリープにおける粒界三重点でのき裂発生について検討し、くさび型き裂発生の臨界クリープ速度などを求めた。つぎに、その結果をもとにしてクリープ破断寿命の予測を行い、オーステナイト耐熱鋼の実験結果と比較した。さらに、このモデルを半周期ごとに変形の方法が変わる高温疲労にまで拡張して、高温疲労におけるくさび型き裂の発生について考察を行った。

7-2 微視力学モデルによる粒界き裂の発生についての解析

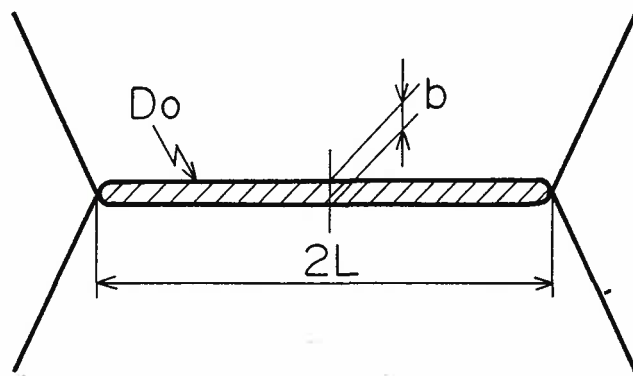
7-2-1 粒界すべりの阻止によって生じる内部応力と弾性ひずみエネルギー

結晶粒界を扁平な円体介在物とみなすと [23]、粒界すべりが粒界三重点で止められたときの内部応力状態は、Eshelby の方法 [17] によって計算することができる。結晶粒界は、図7-1 に示したような、長軸が $2a_1$ 、短軸が $2a_2$ の二次元的な扁平な円体介在物 D_0 によって近似した。

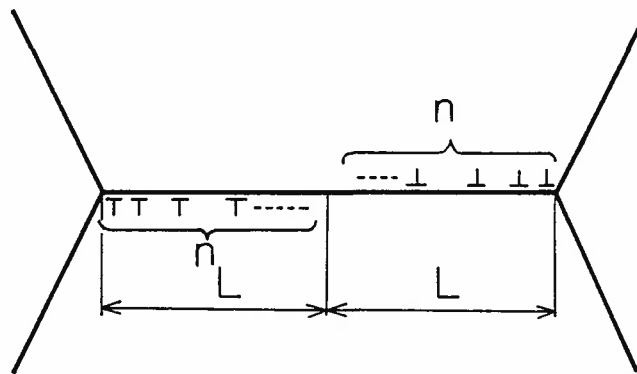
$$\frac{x_1^2}{a_1^2} + \frac{x_2^2}{a_2^2} \leq 1 \quad \left(\frac{a_2}{a_1} \gg 1 \right) \quad (7-1)$$

ここで、 $2a_1$ と $2a_2$ は、それぞれ、結晶粒界の長さ $2L$ とバーガースベクトルの大きさ b に等しいと考える。いま、外部応力 σ^A のもとで粒界すべりが起こり、粒界上に $\tau_{12}^*/2 = \varepsilon_{12}^*$ ($= \varepsilon^*$) というせん断塑性ひずみが生じたとする。もし、この粒界すべりが結晶粒界の両端で止められるとき、 D_0 中に発生する内部応力 τ_{in} は次式によって与えられる [19] 。

$$\tau_{in} = \sigma_{ij}^I = C_{ijkl} (S_{klmn} \cdot \varepsilon_{mn}^* - \varepsilon_{kl}^*) \quad (7-2)$$



(a)



(b)

図7-1 二次元的な偏平な円体介在物 Do によって近似された結晶粒界、および転位群によって置き換えられた粒界すべり

ここで、 C_{ijkl} は介在物の弾性係数、 S_{klmn} は Eshelby テンソル、そして、 ε_{mn}^* は D_0 中に生じた固有ひずみである。扁平円体介在物について内部応力を計算すると、

$$\left. \begin{aligned} \tau_{in} &= -A(b/L) \mu \varepsilon^* \\ A &= 1/(1-\nu) \end{aligned} \right\} \quad (7-3)$$

となる。ここで、 μ と ν はそれぞれ、材料の剛性率とポアソン比である。また、粒界すべりが止められたことによって生じる弾性ひずみエネルギー E_{el} は、

$$\begin{aligned} E_{el} &= -\frac{1}{2} \sum_{i,j} \sigma_{ij}^I \varepsilon_{ij}^* V \\ &= A(b/L) \mu \varepsilon^{*2} V \end{aligned} \quad (7-4)$$

となる。ここで V は D_0 の体積であり、 $V = \pi L b / 2$ である。

粒界上のせん断ひずみ ε_{12}^* は、粒界長さの半分 (L) に分布する、バーガースベクトル \vec{b} をもつ共役な n 個の同符号転位群によって置き換えることができる。長さ $2L$ の粒界上の転位群による全変位は nb であるから、局所ひずみ ε^* は次式によって定義される。

$$\varepsilon^* = (nb/2) / b = n/2 \quad (7-5)$$

(7-5) 式を(7-4) 式に代入すれば、 E_{el} は次式のように書き換えられる。

$$E_{el} = A(b/L) (n/2)^2 \mu (\pi L b / 2) = \pi A \mu n^2 b^2 / 8 \quad (7-6)$$

7-2-2 原子拡散による回復の効果

n 個の転位の余分な半原子面に含まれる原子の総数 N は、結晶粒径を D 、材料の

原子容を Ω とすると次式で表される。

$$N = n b D / \Omega = 2 \varepsilon^* b D / \Omega \quad (7-7)$$

原子拡散による回復が生じないときの N を N_0 とし、それに対応するせん断塑性ひずみと転位数を、それぞれ ε と n_0 とすると、

$$N_0 = n_0 b D / \Omega = 2 \varepsilon b D / \Omega \quad (7-8)$$

となる。

図7-2 に粒界すべりが止められることによって生じる、結晶粒中の体積の不足と過剰を示した。 N はまた、移動すべき正味の過剰原子数でもある。回復過程において転位が結晶粒界に沿って上昇運動するとき、体積過剰の側から dN だけ原子が放出される。これらの原子は、結晶粒界あるいは結晶粒内を通して、体積不足の側へと移動する。原子の移動は、原子の放出側と吸収側の化学ポテンシャルの差 μ によって駆動される。 μ は次式によって与えられる。

$$\mu^* = \frac{d E_{el}}{d N} = \left(\frac{d E_{el}}{d n} \right) \left(\frac{d n}{d N} \right) = \pi A \mu n b \Omega / (4 D) \quad (7-9)$$

回復が粒界拡散によって支配されるとき、原子の平均拡散行程を $2L$ と仮定すれば、原子の流束 J_{gb} は次式によって表される [11]。

$$\begin{aligned} J_{gb} &= \frac{D_{gb}}{\Omega k T} \text{grad } \mu^* = \frac{D_{gb}}{\Omega k T} \frac{\pi A \mu n b \Omega}{4 D \cdot 2 L} \\ &= \frac{\pi A \mu \Omega D_{gb} N}{8 L D^2 k T} \end{aligned} \quad (7-10)$$

ここで、 D_{gb} は粒界拡散係数、 k はボルツマン定数、そして T は絶対温度である。

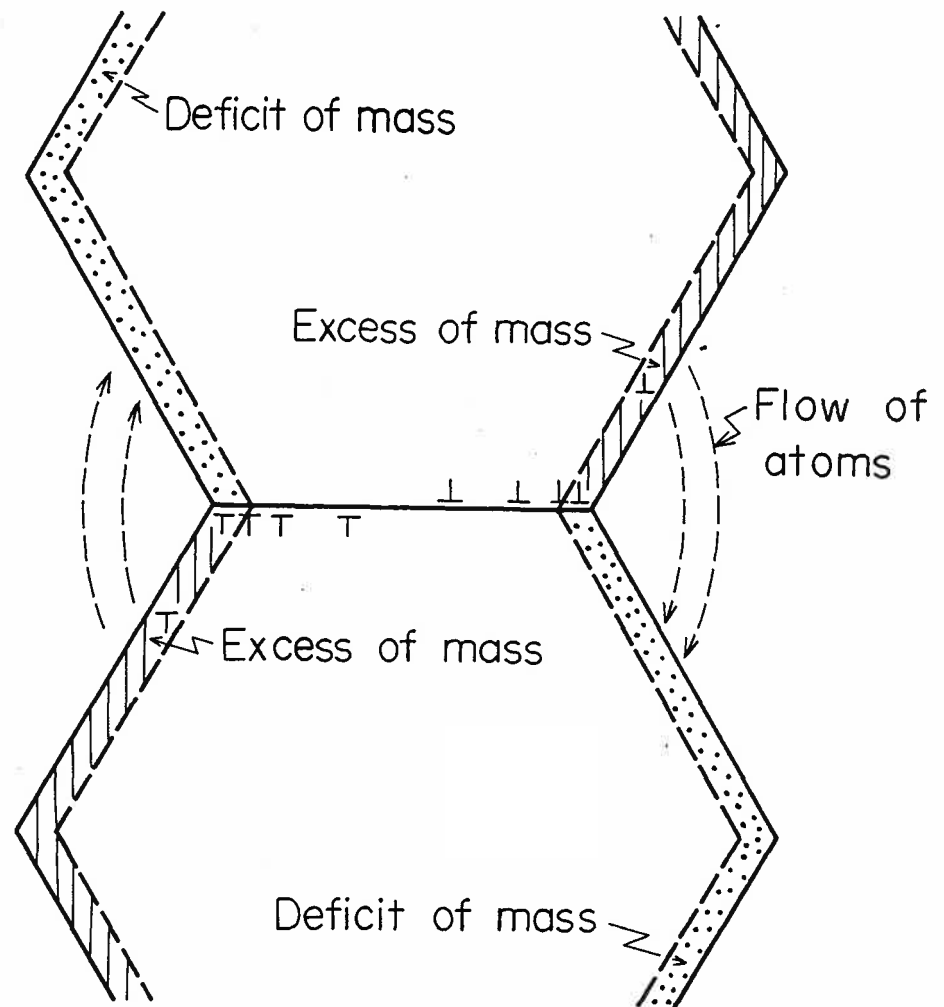


図7-2 粒界すべりの阻止に伴う結晶粒中の体積不足と過剰

また、粒界拡散の断面積 δ は単位厚さあたりほぼ $2b$ に等しいと考える。

原子の放出は一对の転位の余分な半原子面から起こるので、粒界拡散による原子の移動速度 $(dN/dt)_{gb}$ は、

$$\begin{aligned} \left(\frac{dN}{dt} \right)_{gb} &\approx 2\delta J_{gb} = \frac{\pi A \mu D_{gb} \Omega N \delta}{4 L D^2 k T} \\ &\approx \frac{\pi \sqrt{3} A \mu D_{gb} \Omega N \delta}{2 D^3 k T} \end{aligned} \quad (7-11)$$

ここで、 $L \approx D/2 \sqrt{3}$ とする。もし、粒界転位の上昇が体積拡散に支配されるならば、拡散行程はほぼ $D/2$ であり、拡散の断面積は単位厚さあたり $D/2$ と考える。したがって、原子の流束 J_v は、

$$\begin{aligned} J_v &= \frac{D_v}{\Omega k T} \text{grad } \mu^* = \frac{D_v}{\Omega k T} \frac{\pi A \mu n b \Omega / 4D}{D/2} \\ &= \frac{\pi A \mu D_v \Omega N}{2 D^3 k T} \end{aligned} \quad (7-12)$$

ここで、 D_v は体積拡散係数である。この場合の原子の移動速度 $(dN/dt)_v$ は、

$$\left(\frac{dN}{dt} \right)_v \approx 2 (D/2) J_v = \frac{\pi A \mu D_v \Omega N}{2 D^2 k T} \quad (7-13)$$

多結晶金属では結晶粒内よりも結晶粒界の方が原子拡散は容易である [26]。これは、結晶粒界は空孔や転位などの欠陥を多く含む領域であるためと考えられる。しかし、拡散によって運ばれる物質の量は拡散経路の有効断面積にも依存し、粒界拡散の拡散経路は体積拡散のそれに比べてきわめて小さい。そこで、(7-11)式と(7-13)式から、

$$\frac{(dN/dt)_v}{(dN/dt)_{gb}} = \frac{D_v D}{\sqrt{3} D_{gb} \delta} < 1 \quad (7-14)$$

ならば、粒界拡散が回復を支配すると考えることができる。たとえば、973Kでの鋼について、 $D_v = 4.56 \times 10^{-19} \text{ m}^2/\text{s}$ [11]、 $D_{gb} = 3.24 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ [27] を用いると、(7-14)式は $D < 628 \mu\text{m}$ のときに成立する。

せん断塑性ひずみ ε の単位時間あたりの増加 $d\varepsilon/dt$ に対して、転位の余分な半原子面に含まれる原子の過剰（あるいは不足）分が dN_o/dt だけ生じるが、原子拡散によって $(dN/dt)_{gb}$ あるいは $(dN/dt)_v$ だけ過剰（あるいは不足）が減少する。したがって、原子の過剰（あるいは不足）分の正味の増加量 dN/dt は、粒界拡散過程が支配的な場合、

$$\frac{dN}{dt} = \frac{dN_o}{dt} - \left(\frac{dN}{dt} \right)_{gb} \quad (7-15)$$

となる。ここで、

$$\begin{aligned} dN/dt &= (2bD/\Omega)(d\varepsilon^*/dt) \\ dN_o/dt &= (2bD/\Omega)(d\varepsilon/dt) \end{aligned} \quad (7-16)$$

(7-16)式を(7-15)式に代入し、(7-11)式の関係を用いれば、次式が得られる。

$$\begin{aligned} \frac{d\varepsilon^*}{dt} &= \frac{d\varepsilon}{dt} - \frac{\pi\sqrt{3}A\mu D_{gb}\Omega\delta}{2D^3kT} \varepsilon^* \\ &= \dot{\varepsilon} - C\varepsilon^* \end{aligned} \quad (7-17)$$

ここで、 $\dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt$ 、 $C = \pi\sqrt{3}A\mu D_{gb}\Omega\delta/(4D^3kT)$ 。 $\dot{\varepsilon}$ が一定の場合、 $t=0$ で $\varepsilon^*=0$ の初期条件で (7-17) 式を解けば、

$$\varepsilon^* = (\dot{\varepsilon}/C) [1 - \exp(-Ct)] \quad (7-18)$$

が得られる [11]。また、(7-18)式を (7-2)式に代入すれば、内部応力 τ_{in} は次のよ

うになる。

$$\tau_{in} = -A(b/L)\mu(\dot{\epsilon}/C)[1 - \exp(-Ct)] \quad (7-19)$$

体積拡散が回復過程を支配するときには、(7-17) - (7-19) 式などにおいて、 $C = \pi A \mu D_v \Omega / (2 D^2 k T)$ とすればよい。以上の式には外部応力 σA の項が含まれていないが、これは外部応力と内部応力の間には弾性ひずみエネルギーに関して相互作用がないことによる(コロネッティの定理) [19]。

図7-3 に (7-19) 式における τ_{in} と時間 t の関係を示した。計算に用いた物理定数などはオーステナイト鋼の値であり、 $b = 2.55 \times 10^{-10} \text{ m}$ 、 $2\tau = (2\tau_s - \tau_{gb})$ (表面エネルギー $\tau_s = 1.95 \text{ J/m}$ 、粒界エネルギー $\tau_{gb} = 0.70 \text{ J/m}$) [11]、 $\Omega = 7.101 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$ [25]、 $D_{gb} = 3.24 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ (973K)、 $1.15 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$ (873K) [27]、 $\mu = 5.586 \times 10^4 \text{ MPa}$ [28]、 $\nu = 0.29$ [28] である。時間の経過とともに粒界すべりが蓄積され、 τ_{in} は増加する。変形の初期には、原子拡散の駆動力となる弾性ひずみエネルギーが低いこともあり、回復の効果はほとんど現れない。しかし、時間の経過とともに回復の効果が増大し、 τ_{in} はある一定値以上には増加しなくなる。また、回復過程には温度や結晶粒径 (D) が大きく影響し、温度が高く結晶粒径が小さいほど回復の効果は大きいことがわかる。

7-2-3 結晶粒界の外側の応力とくさび型き裂発生

扁平な円体介在物 D_o の外側の応力場は、重ね合わせ法 [18] によって容易に求めることができる。図7-4 に重ね合わせ法による D_o の外側の応力場の求め方を示した。 D_o 中の内部応力 τ_{in} は (7-19) 式によって計算される。ここで、 D_o と同じ形状と寸法をもつ円体切欠を考える。結晶粒界は非常に薄い円体 ($2L \gg b$) であるので、近似的にき裂とみなせる。一様な外部応力 τ_{out} のもとでのき裂まわりの応力分布は、 $\tau_{out} = -\tau_{in}$ とおくことによって、Stroh の計算結果 [8] から容易に求まる。つぎに、一様な外部応力 τ_{in} をうけるき裂を含まない無限体を考える。 D_o の外側の応力は、図7-4 のように、き裂に関する Stroh の解と一様に作用する応力場 τ_{in} を重ね

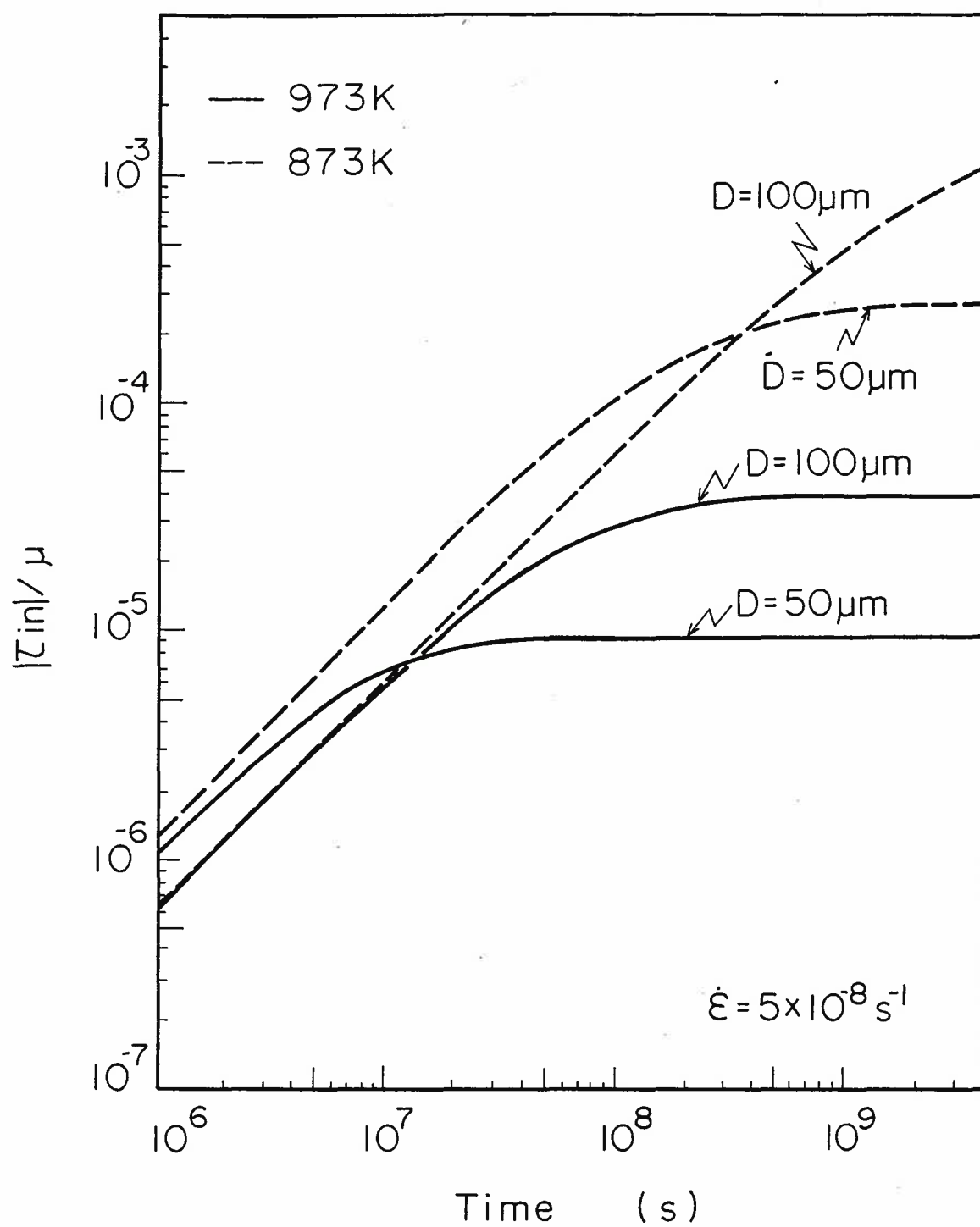


図7-3 だ円体介在物中の内部応力の時間変化

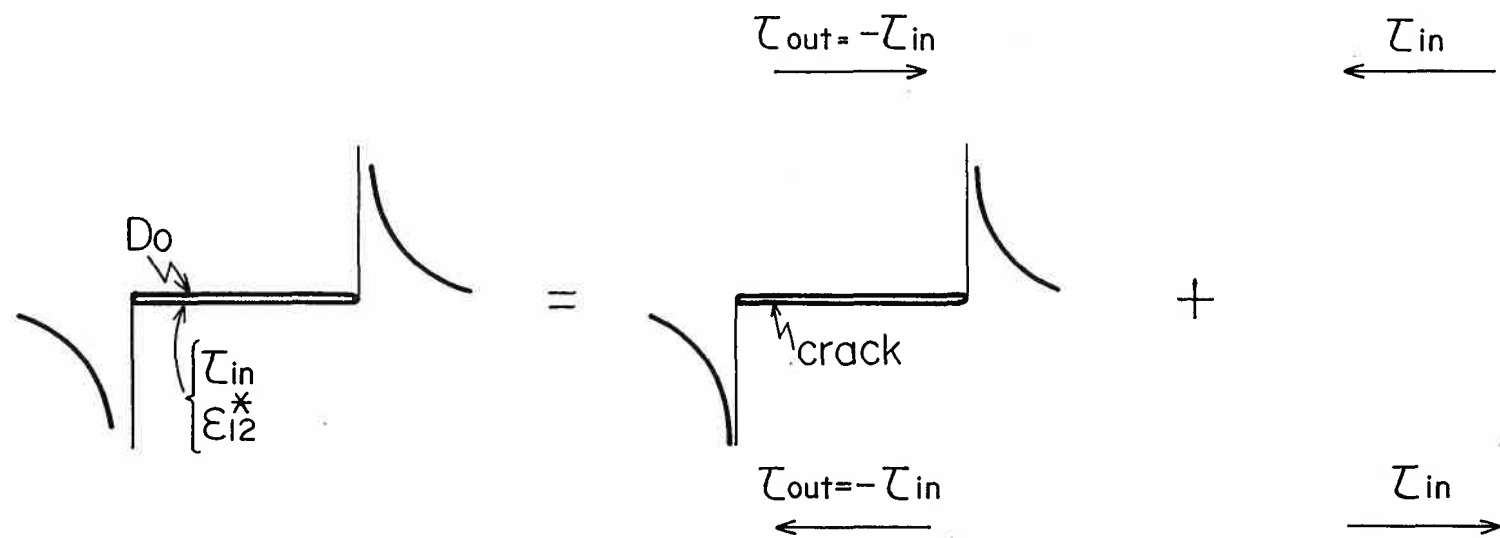


図7-4 重ね合わせによる外側の応力場の求め方 [18]

合わせれば求まる。

Stroh はまた、すべり面と角度 θ をなす面上に働く垂直応力を計算した [8]。この応力は $\theta = 70.5^\circ$ で最大となり、すべり面の先端からの距離 r のところでは $2\sqrt{L/r}/\sqrt{3} \cdot \tau_{out}$ となる。また、くさび型き裂発生について、McLean [7] は Stroh の式を用いて次のような条件式を導いた。

$$\tau_{out} > \sqrt{\frac{12 r \mu}{\pi (1 - \nu) L}} \quad (7-20)$$

ここで、 r は単位面積あたりの表面エネルギーである。本研究では図7-5 に示したような、二方向の粒界すべりによるくさび型き裂の発生を考える。この場合、 \overline{OA} に働く垂直応力は $4\sqrt{L/r}/\sqrt{3} \cdot \tau_{out}$ となる。(7-2) と (7-20) 式から、

$$\tau_{out} = -\tau_{in} = \frac{b}{(1 - \nu)L} \mu \varepsilon^* > \frac{1}{2} \sqrt{\frac{12 r \mu}{\pi (1 - \nu)L}} \quad (7-21)$$

くさび型き裂発生に対する粒界上の臨界ひずみ量は、次式によって与えられる。

$$\varepsilon^* > \varepsilon_c^* = \frac{(1 - \nu)L}{2 b \mu} \sqrt{\frac{12 r \mu}{\pi (1 - \nu)L}} = \sqrt{\frac{3 r (1 - \nu)L}{\pi \mu b^2}} \quad (7-22)$$

また、時間 t_c でくさび型き裂が発生するのに必要な粒界上の臨界せん断ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_c$ は、(7-18)式を用いて、次式のようにになる。

$$\dot{\varepsilon} > \dot{\varepsilon}_c = \frac{C \sqrt{3 r (1 - \nu)L / (\pi \mu b^2)}}{1 - \exp(-C t_c)} \quad (7-23)$$

この臨界ひずみ速度以下では原子拡散による回復の効果が大きくなり、くさび型き裂は発生しない。また、一様に働く外部応力 σ_A は通常、材料の理想強度 ($= E/20$) に比べてきわめて小さいので、上述の計算ではそのき裂発生への影響を無視した。

図7-6 に(7-23)式における t_c と $\dot{\varepsilon}_c$ の関係を示した。計算では粒界拡散による回復が生じると仮定し、計算には、前述のオーステナイト鋼の物理定数の値を用いた。くさび型

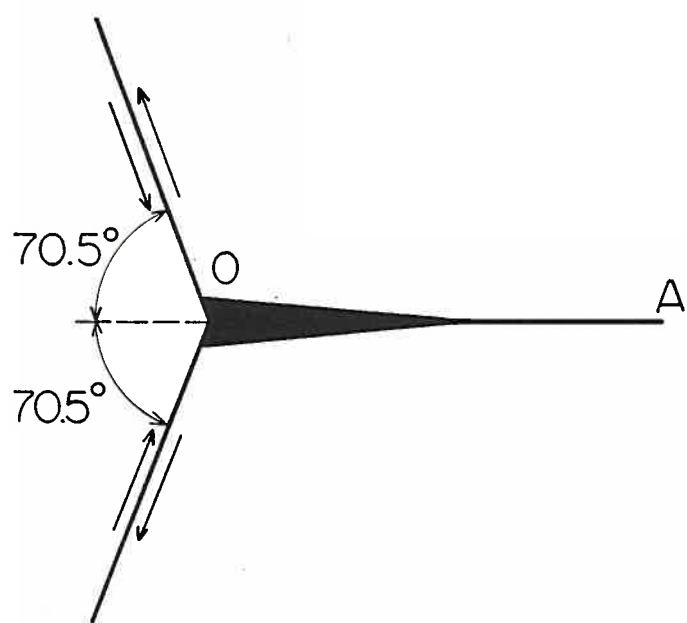


図7-5 粒界すべりによるくさび型き裂の発生

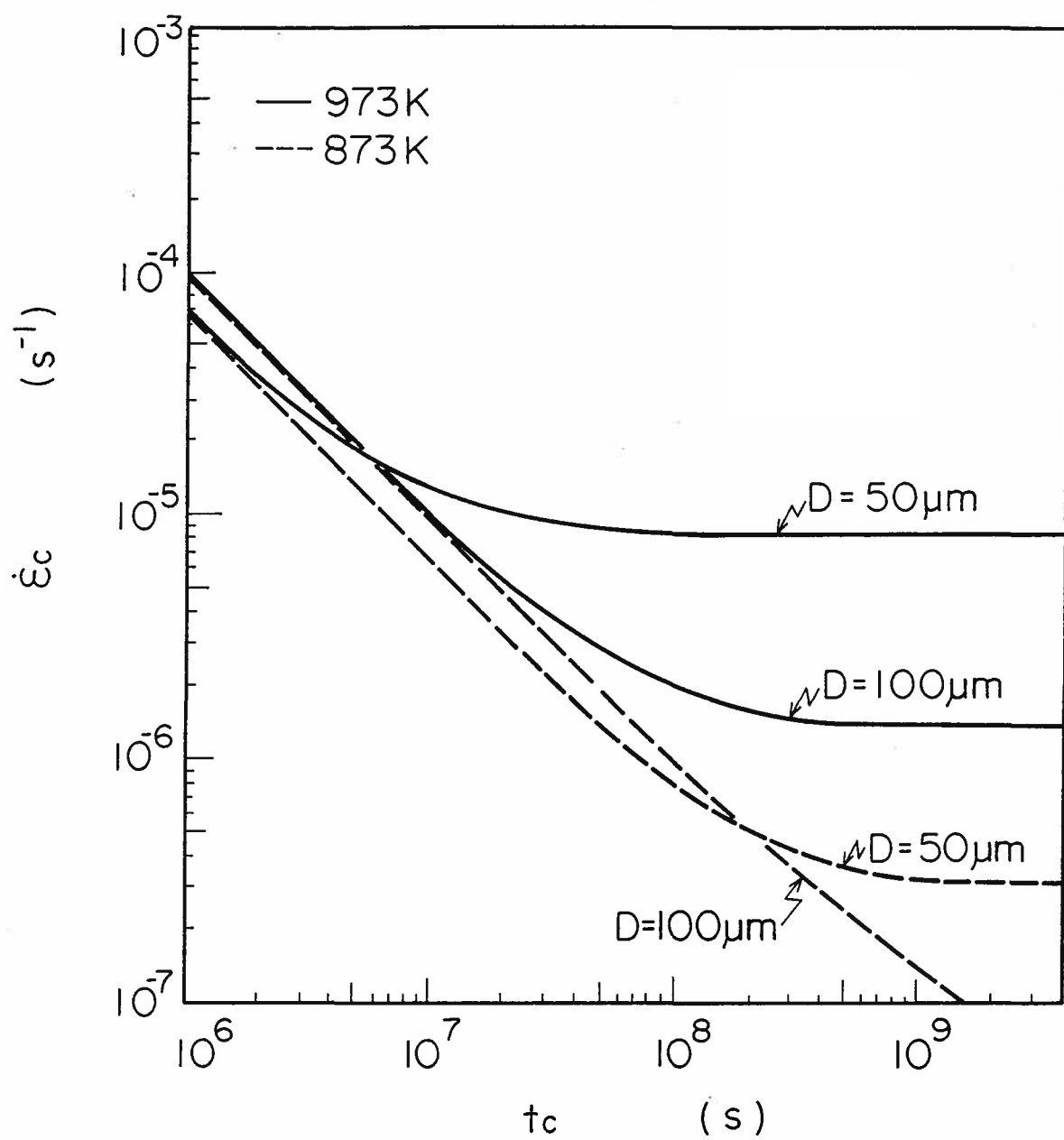


図7-6 くさび型き裂が発生するための粒界上の臨界せん断ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_c$ とき裂発生時間 t_c の関係

粒界き裂は粒界すべりが蓄積して発生するため、短時間でき裂が発生するには速いせん断ひずみ速度が必要である。また、 t_c の増加とともに $\dot{\epsilon}_c$ は低下する。しかし、温度が高く結晶粒径が小さい場合には、原子拡散による回復の効果が大きくなるため、 t_c が増すと $\dot{\epsilon}_c$ は一定値に漸近する傾向がある。このように、 $\dot{\epsilon}_c$ には温度と結晶粒径が大きく影響することがわかる。

また、もし、隣接する結晶粒内での塑性緩和のような他の回復過程が同時に生じるとすれば、くさび型き裂発生の際の臨界ひずみ速度は (7-23) 式から得られるひずみ速度よりも大きくなると思われる。したがって、(7-23) 式の $\dot{\epsilon}_c$ はくさび型き裂発生に対する粒界上の臨界ひずみ速度の下限界を与えると考えることができる [29]。

7-2-4 くさび型き裂発生の際の臨界クリープ速度とクリープ破断寿命の予測

クリープ変形は結晶粒内と結晶粒界の両方で生じるが、変形の大部分は一般に結晶粒内で起こる [1]。純粋な粒界すべり量に関する実験結果はあまり得られていないが、本計算では粒界上のせん断ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_g$ が次式によって与えられると仮定した。

$$\dot{\epsilon}_g = (3/2) (D/b) \lambda K \dot{\epsilon}_s \quad (7-24)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}_s$ は定常クリープ速度、 λ は全クリープ速度に対する結晶粒界上でのひずみ速度の比、 K は方位係数で $\sin \theta \cdot \cos \theta$ 、 θ は粒界すべりの方向と引張軸との方位差であり、本モデルでは $\theta = 70.5^\circ$ である。また、 λ は全クリープひずみと粒界ひずみの比に近似的に等しく、ステンレス鋼 [1] の通常の応力条件下では、 $\lambda = 0.02 - 0.10$ の範囲にある。 $\dot{\epsilon}_g = \dot{\epsilon}_c$ とすると、くさび型き裂発生の際の臨界クリープ速度 $\dot{\epsilon}_{sc}$ は次式で与えられる。

$$\dot{\epsilon}_s > \dot{\epsilon}_{sc} = 2 b \dot{\epsilon}_c / (3 D \lambda K) \quad (7-25)$$

上式で計算される $\dot{\epsilon}_{sc}$ の値は、くさび型き裂発生の際のクリープ速度の下限界を与えると考えられる。ただし、塑性緩和などの、他の緩和過程の影響は考慮していない。

クリープ破断寿命の大部分がくさび型き裂の発生に費やされる場合、破断寿命は (7-23)

式および (7-25) 式を用いて予測することができる。方位係数は $K = \sin 70.5^\circ \cdot \cos 70.5^\circ$
 $= 2\sqrt{2} / 9$ とおくと、破断寿命 t_{cr} は次式で表される。

$$t_{cr} = - \frac{1}{C} \ln \left[1 - \frac{C}{\lambda \dot{\epsilon}_s} \sqrt{\frac{9\tau(1-\nu)}{8\pi\mu L}} \right] \quad (7-26)$$

図7-7 に (7-26) 式における t_{cr} と $\dot{\epsilon}_s$ の関係を示した。計算では粒界拡散による回復が起こると仮定した。計算に用いた物理定数などは、前述した、オーステナイト鋼の値である。 $\dot{\epsilon}_s$ が大きな条件下では $t_{cr} - \dot{\epsilon}_s$ に直線関係がみられ、これにおよぼす温度や結晶粒径の影響は小さい。しかし、 $\dot{\epsilon}_s$ が低下すると回復の影響は大きくなり、 $\dot{\epsilon}_s$ が同じでも温度が高く結晶粒径が小さいほど、 t_{cr} は大きくなることがわかる。また、 λ は $t_{cr} - \dot{\epsilon}_s$ 関係に大きく影響し、 λ の値が小さいほど、破断寿命は長くなる。

7-2-5 高温疲労における粒界き裂の発生

一般に、疲労においては変形の方法は半サイクルごとに周期的に変わる。したがって、粒界すべりの生じる方向も半サイクルごとに変わるが、両方向への粒界すべり量の差から、結晶粒界には残留せん断ひずみが一方へ蓄積される [2, 3, 30]。その結果、一方へ蓄積された粒界すべりが粒界三重点などで止められ、そこで大きな応力集中が生じ、くさび型き裂が発生すると考えられる [3]。本研究の連続体力学モデルは、このように、変形が経路に依存する場合の粒界き裂発生にも応用できる。簡単のため、図7-8 に示したように、三角波形による疲労中の粒界ひずみの変化をモデル化する。すなわち、疲労負荷の各半サイクルにおいては、結晶粒界でのせん断ひずみ速度は一定で、引張期間 $2\bar{t}_t$ では $\dot{\epsilon}_{gt} (>0)$ 、圧縮期間 $2\bar{t}_c$ では $\dot{\epsilon}_{gc} (<0)$ であると仮定する。1 サイクルに要する時間 \bar{T} は $2(\bar{t}_t + \bar{t}_c)$ である。

1 番目の粒界ひずみのピークにおける固有ひずみ ϵ_1^* は、 $t = 0$ で $\epsilon^* = \epsilon_0^* = 0$ の初期条件のもとで (7-17) 式を解けば、次のように求まる。すなわち、最初の引張行程のピーク 1 ($t = \bar{t}_t$) では、 $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{gt}$ とおけば、 ϵ_1^* は

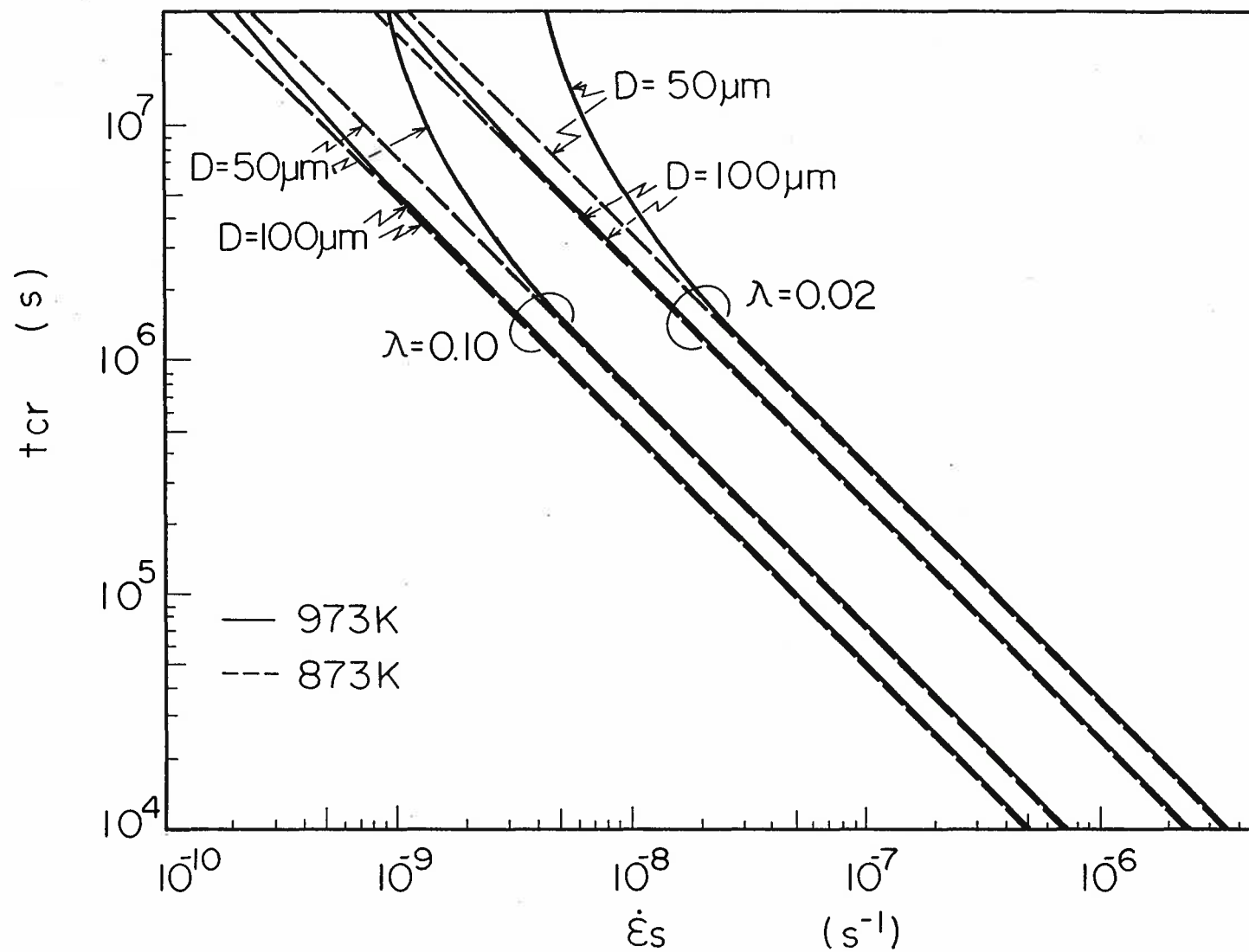


図7-7 クリープ破断寿命 t_{cr} と定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ の関係

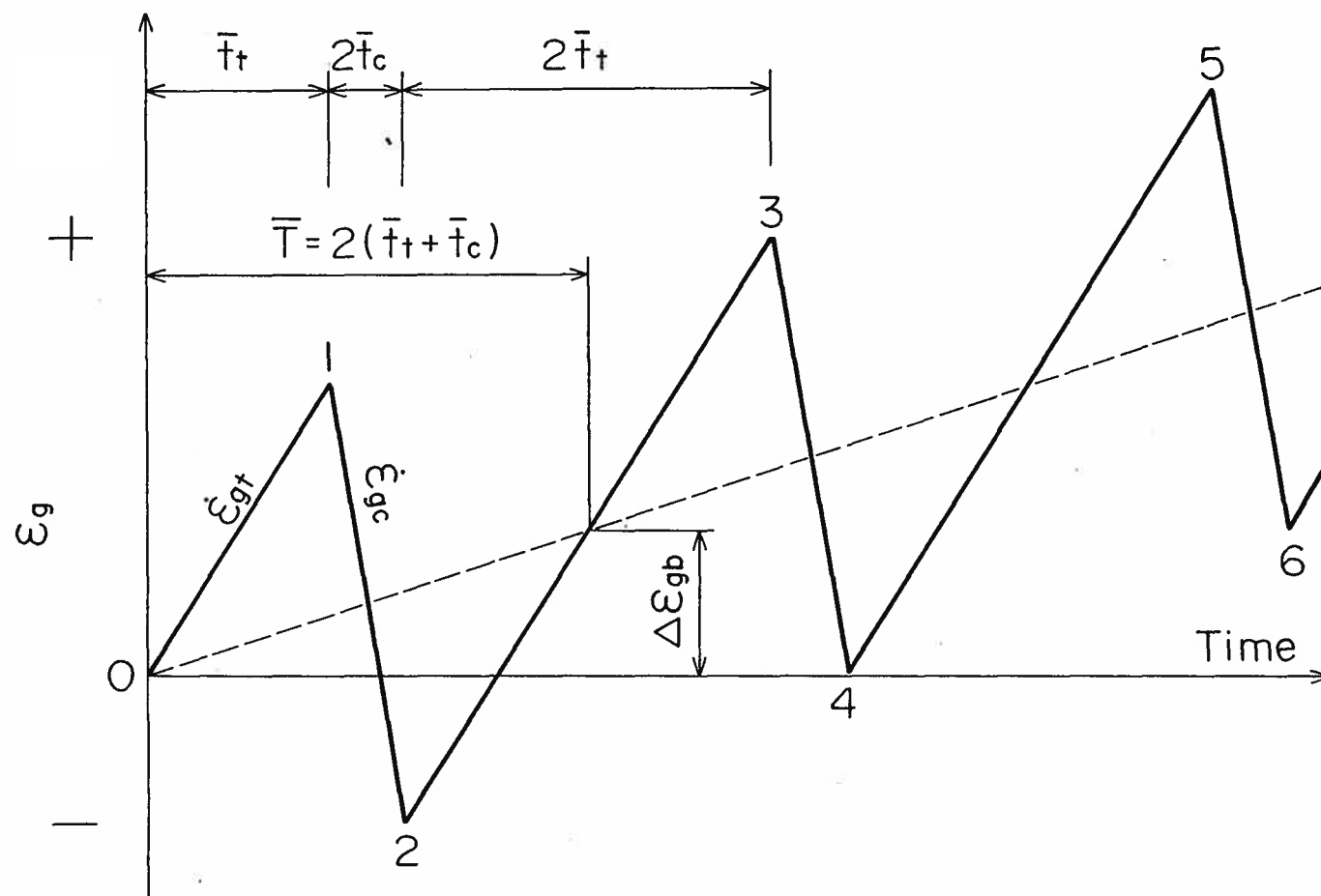


図7-8 疲労中に発生する粒界すべりの蓄積

$$\varepsilon_1^* = (\dot{\varepsilon}_{gt} / C) [1 - \exp(-C \bar{t}_t)] \quad (7-27)$$

次の圧縮行程におけるピーク 2 ($t = \bar{t}_t + 2\bar{t}_c$) での値 ε_2^* は、 $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_{gc}$ および $t = \bar{t}_t$ で $\varepsilon^* = \varepsilon_1^*$ の条件下で (7-17) 式を解いて、

$$\varepsilon_2^* = \frac{\dot{\varepsilon}_{gc}}{C} - \left(\frac{\dot{\varepsilon}_{gc} - \dot{\varepsilon}_{gt}}{C} \exp(C \bar{t}_t) + \frac{\dot{\varepsilon}_{gt}}{C} \right) \times \exp[-C(\bar{t}_t + 2\bar{t}_c)] \quad (7-28)$$

ピーク 3 ($t = 3\bar{t}_t + 2\bar{t}_c$, 2番目の引張行程のピーク) における ε_3^* は、

$$\varepsilon_3^* = \frac{\dot{\varepsilon}_{gt}}{C} - \left(\frac{\dot{\varepsilon}_{gt} - \dot{\varepsilon}_{gc}}{C} \exp[C(\bar{t}_t + 2\bar{t}_c)] + \frac{\dot{\varepsilon}_{gc} - \dot{\varepsilon}_{gt}}{C} \exp(C \bar{t}_t) + \dot{\varepsilon}_{gt}/C \right) \exp[-C(3\bar{t}_t + 2\bar{t}_c)] \quad (7-29)$$

そして、(n+1) 番目の引張行程のピーク ($n \geq 1$) でのせん断ひずみ ε_{2n+1}^* は、

$$\varepsilon_{2n+1}^* = \frac{\dot{\varepsilon}_{gt}}{C} [1 - \exp[-C(2n(\bar{t}_t + \bar{t}_c) + \bar{t}_t)]] - \frac{(\dot{\varepsilon}_{gt} - \dot{\varepsilon}_{gc}) [1 - \exp[-2nC(\bar{t}_t + \bar{t}_c)]] [1 - \exp(2C \bar{t}_c)]}{C [1 - \exp[2C(\bar{t}_t + \bar{t}_c)]]} \quad (7-30)$$

くさび型き裂は $\varepsilon_{2n+1}^* > \varepsilon_c^*$ となった n サイクル目で生じる。同様の議論は、高温疲労で全く不規則な変形経路をとる場合にも有効であり、(7-17)式を数値的に解けばき裂発生寿命を求めることができる。

図7-9 に (7-30) 式における $\dot{\varepsilon}_{gt}$ とくさび型き裂発生の繰返し数 n_i の関係を示した。この計算では粒界拡散による回復が起こると仮定した。計算に用いた物理定数などは、前述した、オーステナイト鋼の値である。図7-9 は、低速—高速波形を念頭において、 $\dot{\varepsilon}_{gc} = 0$ 、 $\bar{t}_t = 100$ (s)、 $\bar{t}_c = 1$ (s) として計算した例である。 $\dot{\varepsilon}_{gt}$ が比較的

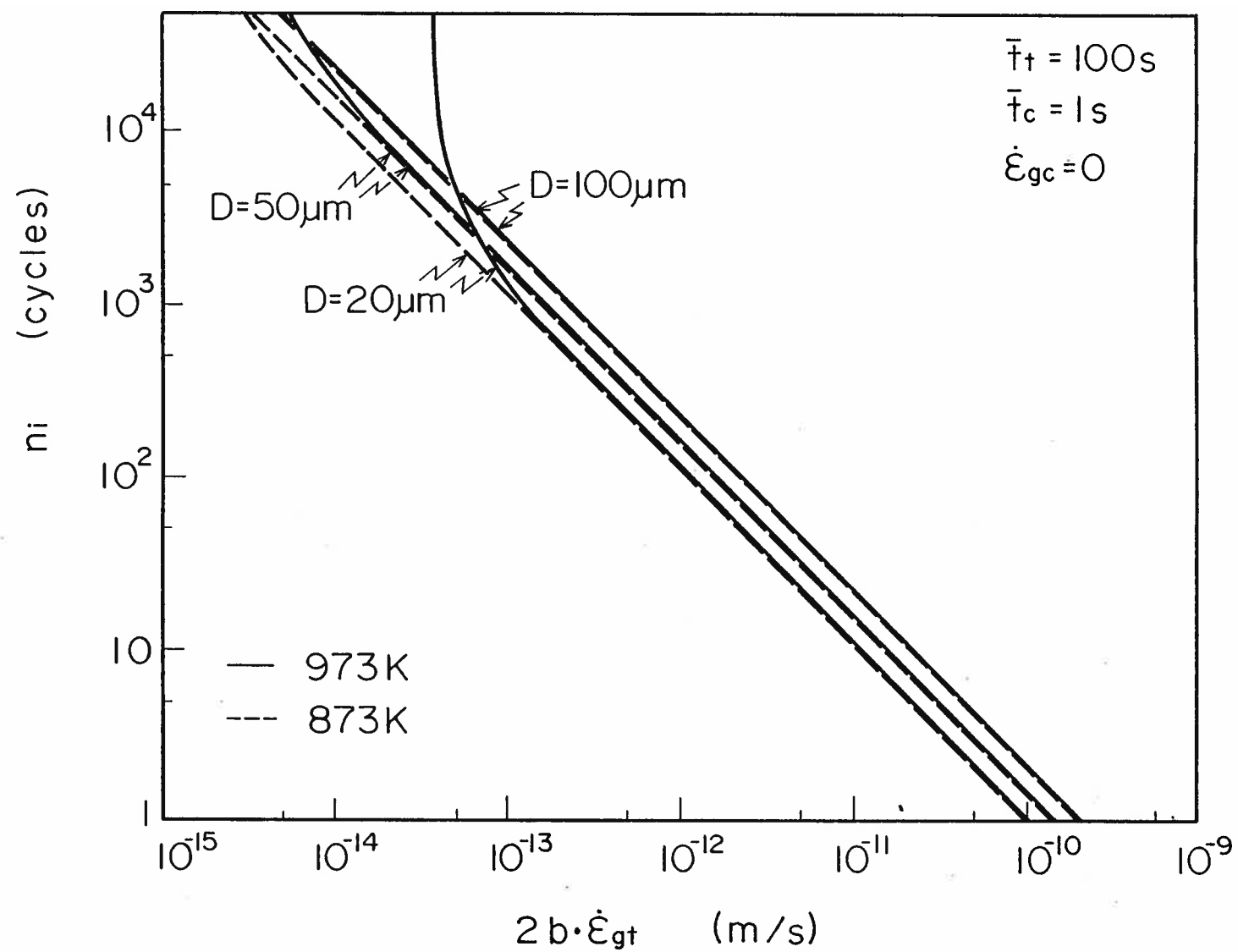


図7-9 粒界上のせん断変形速度 $2b \dot{\epsilon}_{gt}$ とくさび型き裂発生寿命 n_i の関係

大きな条件下では $\dot{\epsilon}_{gt} - n_i$ はほぼ直線関係になる。しかし、 $\dot{\epsilon}_{gt}$ が小さくなると、原子拡散による回復の効果が現れ、 n_i は増加する。したがって、 $\dot{\epsilon}_{gt}$ が小さい条件下では温度が高く結晶粒径が小さいほど n_i は増加する。

原子拡散による回復の効果が小さい場合には ($n C T \ll 1$)、(7-30)式はつぎのような簡単な形になる。

$$\begin{aligned} \epsilon_{2n+1}^* &= 2 n (\dot{\epsilon}_{gt} \cdot \bar{t}_t + \dot{\epsilon}_{gc} \cdot \bar{t}_c) + \dot{\epsilon}_{gt} \cdot \bar{t}_t \\ &= n \Delta \epsilon_{gb} + \dot{\epsilon}_{gt} \cdot \bar{t}_t \end{aligned} \quad (7-31)$$

ここで、 $\Delta \epsilon_{gb} = 2 (\dot{\epsilon}_{gt} \cdot \bar{t}_t + \dot{\epsilon}_{gc} \cdot \bar{t}_c)$ 。 $\Delta \epsilon_{gb}$ は 1 サイクルごとに蓄積される粒界すべり量である。(7-31)式の第 1 項の絶対値が第 2 項のそれに比べて非常に大きいときは、き裂発生までの繰返し数 n_i は次式のようにになる。

$$\begin{aligned} n_i &= \epsilon_c^* / |2 (\dot{\epsilon}_{gt} \cdot \bar{t}_t + \dot{\epsilon}_{gc} \cdot \bar{t}_c)| \\ &= \epsilon_c^* / |\Delta \epsilon_{gb}| \end{aligned} \quad (7-32)$$

なお、前述したように、本研究で解析に取り入れた応力緩和の過程は、原子拡散による回復の効果のみである。実際には、結晶粒内の強度が低い材料では、結晶粒の塑性変形による塑性緩和が生じる可能性がある。このような場合には、粒界三重点などでの応力低下はさらに大きくなるため、粒界三重点き裂は、本研究の解析結果よりも、さらに生じにくくなると思われる。したがって、本研究の解析結果は、高温条件下での粒界三重点き裂発生寿命の下限值を与えるものと考えることができる [29]。

7-3 計算値と実験値の比較

7-3-1 くさび型き裂発生の臨界クリープ速度とクリープ破断寿命の予測

図7-10に、(7-25)式によるき裂発生臨界クリープ速度の計算結果とオーステナイト鋼のクリープ破断試験の結果 [31,32] を比較して示した。この計算においては、くさび型き裂は破断寿命の 80% の時点で生じ、粒界拡散支配の回復が生じると仮定した。計算に用いた物理定数などは、前述した、オーステナイト鋼の値を用いた。図 7-17 のように、これらの鋼では臨界クリープ速度と実験で求めた定常クリープ速度の応力依存性はよく一致する。くさび型き裂はある臨界クリープ速度以下では観察されず、その値はほぼ $\lambda = 0.02, 0.10$ に対応する計算値の間にある。一部の試験条件下では、くさび型き裂と r 型空洞の両者がみられたが、これは、結晶粒界ごとに粒界すべり量（あるいは粒界上でのせん断ひずみ速度）が異なるなどによると思われる。

つぎに、図7-11 に (7-26) 式から算出したクリープ破断寿命の予測値と、オーステナイト鋼のクリープ破断試験の結果を示した。21Cr-4Ni-9Mn 鋼ではほとんどの実験点は、 $\lambda = 0.02, 0.10$ とした予測値の間にある。また、破断寿命の応力依存性についても、計算値は実験値と傾向が一致している。これに対して、SUS304 鋼における 873K の破断寿命予測値は、実験値と応力依存性は一致しているものの、これよりも全体的に少し小さい。この原因としては、隣接結晶粒内で塑性緩和 [2] のような他の回復過程が生じるためと考えられる。さらに、低クリープ応力条件下では、実際にくさび型き裂が比較的早期に生じることも考えられる [30] 。

7-3-2 高温疲労き裂発生寿命

表7-1 にくさび型き裂発生寿命の計算値と 973K での SUS304 鋼 ($D = 600 \mu m$) についての疲労試験の結果を示した [3]。この場合は原子の体積拡散が回復を支配するが、その影響は無視できるので、(7-32)式を用いてき裂発生寿命 n_i を計算した。計算結果は、くさび型き裂は非対称の低速—高速あるいは高速—低速のひずみ波形のいずれにおいても、疲労の初期に生じることを示している。対称ひずみ波形の場合には、粒界すべりの一方向への蓄積が少ないため、くさび型き裂の発生は遅く、 n_i の値は疲労寿命 N_f と同程度になった。このような傾向は多くの疲労試験結果において観察されている [30]。このことから、本研究の解析結果は実際の挙動をよく説明していると思われる。 $\Delta \varepsilon_{gb}$

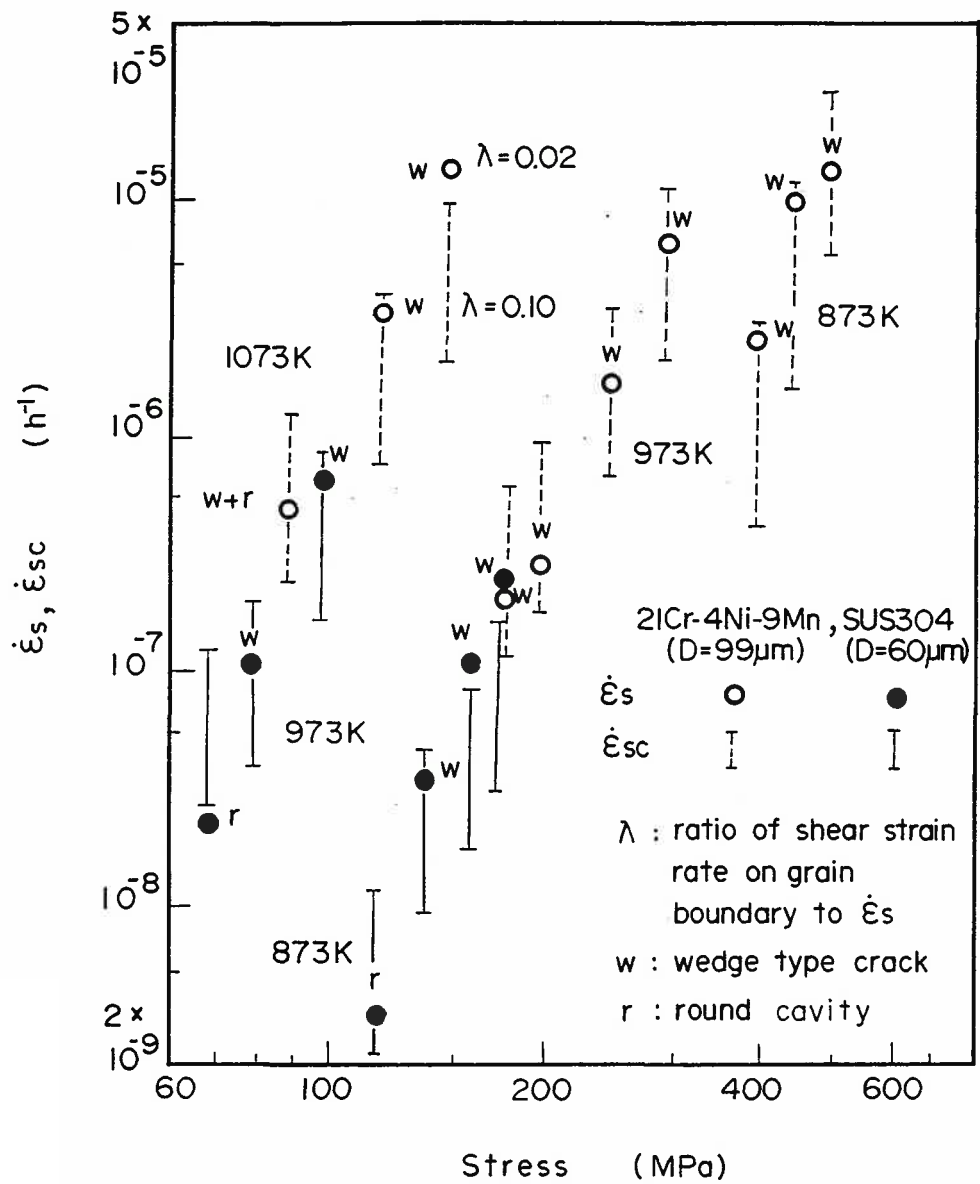


図7-10 オーステナイト耐熱鋼におけるくさび型粒界き裂発生の臨界クリープ速度 $\dot{\epsilon}_{sc}$ と定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$

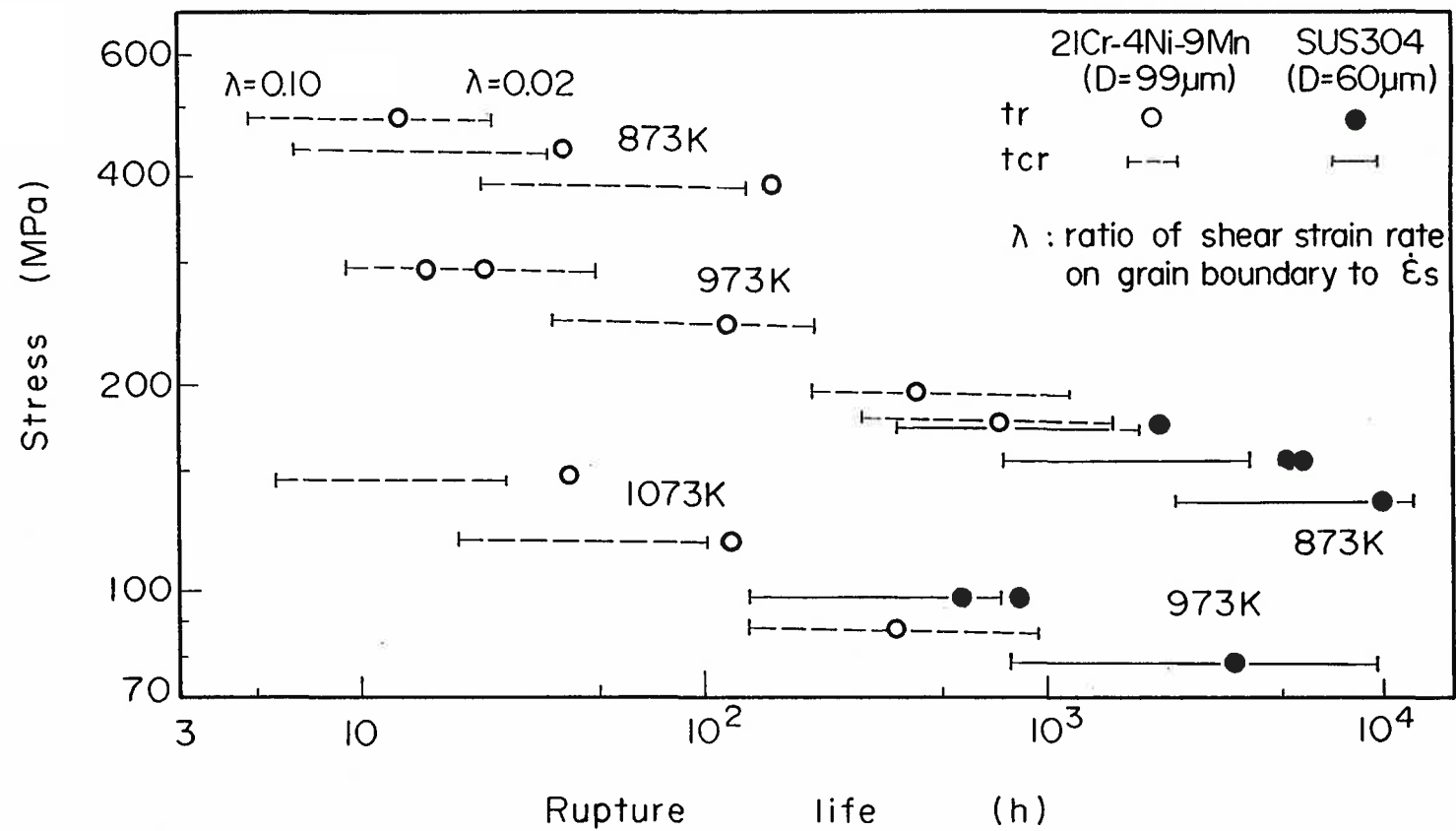


図7-11 オーステナイト耐熱鋼におけるクリープ破断寿命の計算値(tcr)と実験値(tr)の比較

表7-1 き裂発生寿命の計算値 n_i と SUS304 鋼の 973K ひずみ制御疲労試験の結果との比較

Wave shape	$\bar{\epsilon}_t / \bar{\epsilon}_c$	Nf(cycles)	ΔU_{gb} (m/cycles)	n_i (cycles)
Slow – fast	1 / 19	103	4.5×10^{-9}	26
Fast – slow	19	330	2.5×10^{-9}	46
Balanced	1	360	4.2×10^{-10}	280

$T = 300 \text{ s}$, $\bar{\epsilon}_t$: tensile strain rate, $\bar{\epsilon}_c$: compressive strain rate,
 $\Delta U_{gb} = 2b\Delta\epsilon_{gb}$

は通常、波形、ひずみ振幅、ひずみ速度、温度、雰囲気などの外的要因のほかに、結晶粒径や第二相粒子の存在などの組織学的因子にも依存する [30]。しかし、もしくさび型き裂が生じる場合、 $|\Delta \varepsilon_{gb}|$ が疲労の非弾性ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_{in}$ (あるいはひずみ範囲分割法に基づいて分割された、非弾性ひずみ範囲 $\Delta \varepsilon_{cc}$ 、 $\Delta \varepsilon_{cp}$ および $\Delta \varepsilon_{pc}$) に比例するならば、(7-32) 式から $n_i \propto 1/\Delta \varepsilon_{in}$ となる。くさび型き裂が最も発生しやすい疲労である、低速—高速波形における疲労寿命関係には、 $N_{cp} \propto 1/\Delta \varepsilon_{cp}$ に近い関係が得られている [6,10]。このことから、低速—高速波形では $|\Delta \varepsilon_{gb}|$ と $\Delta \varepsilon_{cp}$ は比例関係に近い関係をもっていると考えられる。また、 N_{cp} は疲労寿命で一般にき裂発生寿命 n_i よりもかなり大きいことから、粒界き裂の成長もその発生と同様に、 $|\Delta \varepsilon_{gb}|$ に支配されている可能性がある [3]。

7-4 小括

高温条件下でのくさび型き裂発生について、原子拡散による回復の影響を考慮した微視力学モデルを用いて検討した。得られた結果の要約を次に示す。

(1) 本研究で用いたモデルに基づく破断寿命などの計算値は、オーステナイト系 21Cr-4Ni-9Mn 鋼のクリープ破断試験で求めた実験値とよく一致した。オーステナイト系 SUS 304 鋼のクリープ破断試験結果は計算結果と応力依存性がほぼ一致したが、少し長寿命になった。これは、この鋼では塑性緩和のような他の回復過程が生じることや、実際にき裂が早期に生じてもただちに破断には至らないことが考えられる。

(2) 本研究で用いたモデルは、変形が経路依存性をもつ高温疲労における、くさび型き裂発生の問題にも応用でき、疲労における粒界き裂発生寿命の予測式を得ることができた。また、この式によるき裂発生寿命の予測結果は、疲労き裂の発生に関する実験事実とよく一致した。

(3) 高温クリープにおいては、くさび型き裂が発生するための臨界クリープ速度があることが、解析結果からわかった。そして、その臨界クリープ速度には温度や結晶粒径など

がかなり大きな影響をおよぼすことがわかった。

参考文献

- (1) F.Garofalo: 金属クリープの基礎 (安達訳), (1968), p.139 [丸善]
- (2) 平修二, 大谷隆一: 材料の高温強度論, (1980), p.189 [オーム社]
- (3) 平修二, 城野宗昭, 吉田稔: 材料, 27(1978), p.447
- (4) H.Fujita, H.Iizuka and M.Tanaka: Proc. of 24'th Japan Cong. on Materials Research, (1981), p.62
- (5) 平川賢爾, 時政勝行: 材料, 28(1979), p.386
- (6) 日本鉄鋼協会高温強度研究委員会: ひずみ範囲分割法による 18Cr-8Ni 鋼の高温低サイクル疲労特性の検討, (1981), p.7 [日本鉄鋼協会]
- (7) D.McLean: J. Inst. Met., 85(1956-57), p.468
- (8) A.N.Stroh: Proc. Roy. Soc., Ser. A, 223(1954), p.404
- (9) K.Yamaguchi and K.Kanazawa: Met. Trans. A, 11A(1980), p.1691
- (10) 飯塚博, 多田勝美, 田中学, 葦原文夫, 恵良修治: 日本金属学会秋季大会一般講演概要集, (1983), p.429
- (11) 田中学: 日本機械学会論文集(A編), 49(1983), p.1491
- (12) D.E.Dieter: Mechanical Metallurgy (second edition), (1976), P.461
[McGraw-Hill]
- (13) J.P.Poirier: 結晶の高温塑性 (船久保監訳), (1980), p.150 [養賢堂]
- (14) T.Mori and H.Tokushige: Acta Met., 25(1977), p.635
- (15) 松浦圭助: 日本金属学会誌, 44(1980), p.346
- (16) T.Mori, M.Koda, R.Monzen and T.Mura: Acta Met., 31(1983), p.275
- (17) J.D.Eshelby: Proc. Roy. Soc., Ser. A, 241(1957), p.376

- (18) T.Mura: Micromechanics of Defects in Solids, (1982), p.74
[Martinus Nijhoff]
- (19) 村外志夫、森勉: マイクロメカニックス, (1976), p.105 [倍風館]
- (20) 田中学, 飯塚博: 日本機械学会論文集(A編), 51(1985), p.2783
- (21) 田中学, 飯塚博: 日本機械学会講演論文集, No.840-1 (1984-4), p.1
- (22) H.Iizuka and M.Tanaka: J. Mater. Sci., 21(1986), p.611
- (23) T.Sakaki: Scripta Met., 8(1974), p.189
- (24) M.Tanaka and H.Iizuka: Proc. of 7'th Int. Conf. of Strength of Metals and Alloys (ICSMA-7), 1(1985), p.629
- (25) 田中学, 飯塚博: 日本機械学会論文集(A編), 52(1986), p.7
- (26) 宮川大海, 坂木庸晃: 金属学概論, P.45 [朝倉書店]
- (27) W.Beere and M.V.Speight: Met. Sci., 12(1978), p.593
- (28) 村松篤良: 日本機械学会誌, 68(1965), p.1623
- (29) M.Tanaka and H.Iizuka: ASTM STP942 (1987), (掲載予定)
- (30) 大谷隆一: 日本金属学会報, 22(1983), p.190
- (31) 新谷紀雄, 京野純郎, 村田正治, 横井信: 鉄と鋼, 69(1983), p.1668
- (32) 田中学, 藤田春彦, 藤代大: 鉄と鋼, 69(1983), p.1320

第8章 粒界強じん化機構の微視力学モデルによる検討

8-1 緒言

これまでの各章ですでに述べたように、高温におけるクリープおよびクリープ・疲労の重畳条件下では、破壊は結晶粒界から生じやすく [1-6]、このため、多結晶金属材料の高温強度は結晶粒界の性状などに大きく影響される [6-10]。したがって、結晶粒界の性状などの微細組織を制御して粒界破壊を生じにくくできれば、高温強度は改善できると考えられる。著者らは、クリープおよびクリープ・疲労の重畳条件下の強度への結晶粒径 [11,12]、および粒界形状ジグザグ化 [10,13] の影響について調べ、微細組織制御による高温強度改善の可能性について実験的な検討を行ってきた。そして、結晶粒径の微細化や粒界形状のジグザグ化によって、高温強度が改善されることを見出した。高温条件下では原子拡散や塑性緩和などによる回復が活発化するため [14]、これが材料の高温強度や破壊に影響をおよぼすと考えられる。著者らのグループは、坂木と同様に結晶粒界を偏平な円体介在物として近似 [15] することによって、粒界三重点でのくさび型き裂の発生について、原子拡散による回復の効果を含み微視力学モデルを用いて解析を行った [16,17]。そして、このモデルによる解析結果が、高温クリープや高温疲労の実験結果をよく説明できることを示した [16,17]。そこで、つぎにこのモデルを用いて耐熱合金の粒界強じん化機構の検討を行う [18]。

まず、結晶粒径を広い範囲で変化させた 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と SUS304 鋼のクリープ試験結果と、くさび型き裂発生モデルによる計算結果の比較を行い、微視力学モデルの適用限界について調べた。つぎに、このモデルを粒界をジグザグ化した試料の破壊の説明に適用し、その有効性を検討した。さらに、それらの解析結果をもとにして、結晶粒微細化と粒界形状ジグザグ化による高温強度の改善について考察した。また、比較的高温のクリープ条件下では、くさび型き裂とは異なる型のき裂がみられたため、これを説明できる他の微視力学モデルを提案し、実験結果との比較を行った。

8-2 微視力学モデルの粒界き裂発生問題への応用

8-2-1 くさび型粒界き裂の発生

第7章で解析を行ったと同様に、粒界すべりが粒界三重点で阻止され、そこで生じた応力集中によってくさび型き裂が発生する場合を考える[16]。図8-1にジグザグ化した結晶粒界と直線状粒界を図式的に示した。A型はジグザグ化した結晶粒界で、このような結晶粒界に粒界すべりが生じると、各ジグザグ部分の斜面に体積過剰と不足を生じるようになる。その結果、ジグザグ部分の各斜面間で原子拡散などによる応力緩和が進行すると考えられる。したがって、粒界三重点でのくさび型き裂の発生には、図8-1(a)の $2L$ の領域で生じる粒界すべりが、直接関係すると考えられる[18]。また、B型の直線状粒界をもつ多結晶材料では、応力集中や図8-1(b)の結晶粒界長さ($2L$)の領域で生じる粒界すべりと関係する。

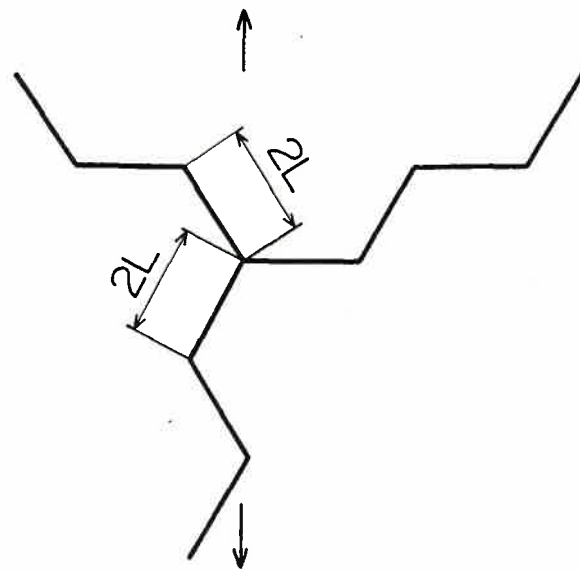
微視力学に基づくくさび型き裂発生解析は、A型とB型のモデルとも、第7章で行った手順とはほぼ同じである。もし、 $2L$ の長さの結晶粒界上で粒界すべりが生じ、それが粒界三重点で阻止されると、扁平な円体介在物で近似した結晶粒界には、次に示す内部せん断応力が発生する[19,20]。

$$\tau_{in} = -b\mu\epsilon^*/[(1-\nu)L] \quad (8-1)$$

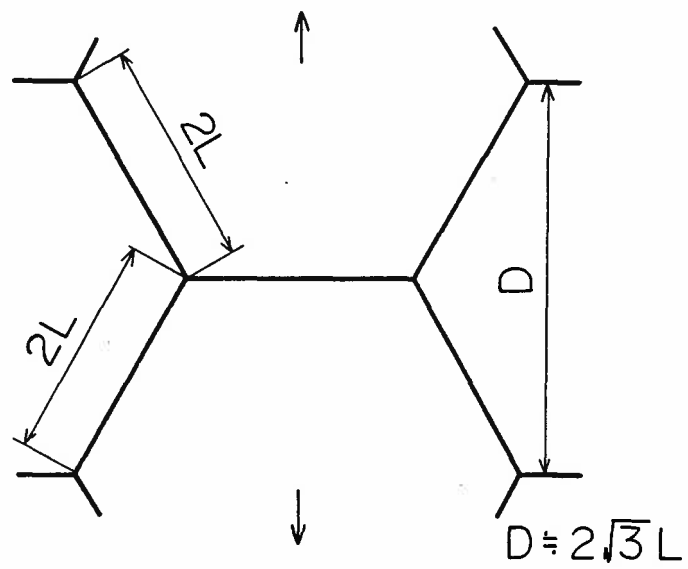
ここで、 ϵ^* は粒界上に生じた塑性せん断ひずみ、 μ は剛性率、そして ν はポアソン比である。弾性ひずみエネルギー Eel は、

$$Eel = b\mu\epsilon^{*2}V/[(1-\nu)L] \quad (8-2)$$

ここで V は扁平な円体介在物の体積であり、 $V = \pi L b/2$ 。この弾性ひずみエネルギーは原子拡散による回復の駆動力となるものである[16]。回復が生じるときの塑性ひずみの時間変化 $d\epsilon^*/dt$ は、回復が生じていないときのそれ $d\epsilon/dt$ から回復による影響分



(a) Type A



(b) Type B

図8-1 粒界形状のモデル化 (a) ジグザグ状粒界 (b) 直線状粒界

を差し引いたものになる。すなわち、回復過程についての考察から [16]、次式が得られる。

$$d\epsilon^*/dt = d\epsilon/dt - C\epsilon^* \quad (8-3)$$

ここで、回復過程が粒界拡散によって支配されるときは、 $C = \pi \mu Dgb \Omega \delta / [96 \times (1 - \nu) L^3 k T]$ 、回復過程が体積拡散支配のときには、 $C = \pi \mu Dv \Omega / [24 \times (1 - \nu) L^2 k T]$ となる。また、 Dgb は粒界拡散係数、 Ω は原子容、 δ は粒界拡散路の厚さ ($\approx 2b$)、 k はボルツマン定数、 T は絶対温度、そして、 Dv は体積拡散係数である。(8-3)式を $t = 0$ で $\epsilon^* = 0$ の初期条件のもとで解くと、 ϵ^* は次のように求まる [15]。

$$\epsilon^* = (\dot{\epsilon} / C) [1 - \exp(-Ct)] \quad (8-4)$$

(8-4) 式を (8-1) 式に代入すると、原子拡散による回復過程を考慮したときの、内部応力の値が求まる。一例として、図8-2 に結晶粒界上の内部応力 τ_{in} と、粒界すべりが生じる結晶粒界の長さ L の関係を示した。数値計算においては、 $Dgb = 3.24 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ [26]、 $\Omega = 7.101 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$ [16]、 $\delta = 5.10 \times 10^{-10} \text{ m}$ [16]、 $\mu = 5.586 \times 10^4 \text{ MPa}$ [27]、 $\nu = 0.29$ [27]、 $\gamma = 1.6 \text{ J/m}$ [16] と仮定した。また、図中には McLean [21] によって求められた、くさび型き裂発生 of 臨界せん断応力の値も示した。ただし、実際には二方向の粒界すべりを考えているので、もとの計算値の 1/2 が示されている。

McLean の条件式では、幾何学的な効果によって、 L が減少すると粒界三重点に生じる応力は低下する。そのため、 L の減少とともに臨界せん断応力は増加する。さらに、 L が $100 \mu\text{m}$ 以下になると、原子拡散による粒界上のせん断ひずみの緩和が顕著になるため $|\tau_{in}|$ は急激に低下することがわかる。すなわち、 L の減少とともに、幾何学的な効果によって臨界せん断応力が増加し、さらに原子拡散による応力緩和によって $|\tau_{in}|$ が減少して、くさび型き裂は発生しにくくなることがわかる。

粒界三重点にくさび型き裂が発生するための McLean の条件式 [21]、および (8-4) 式

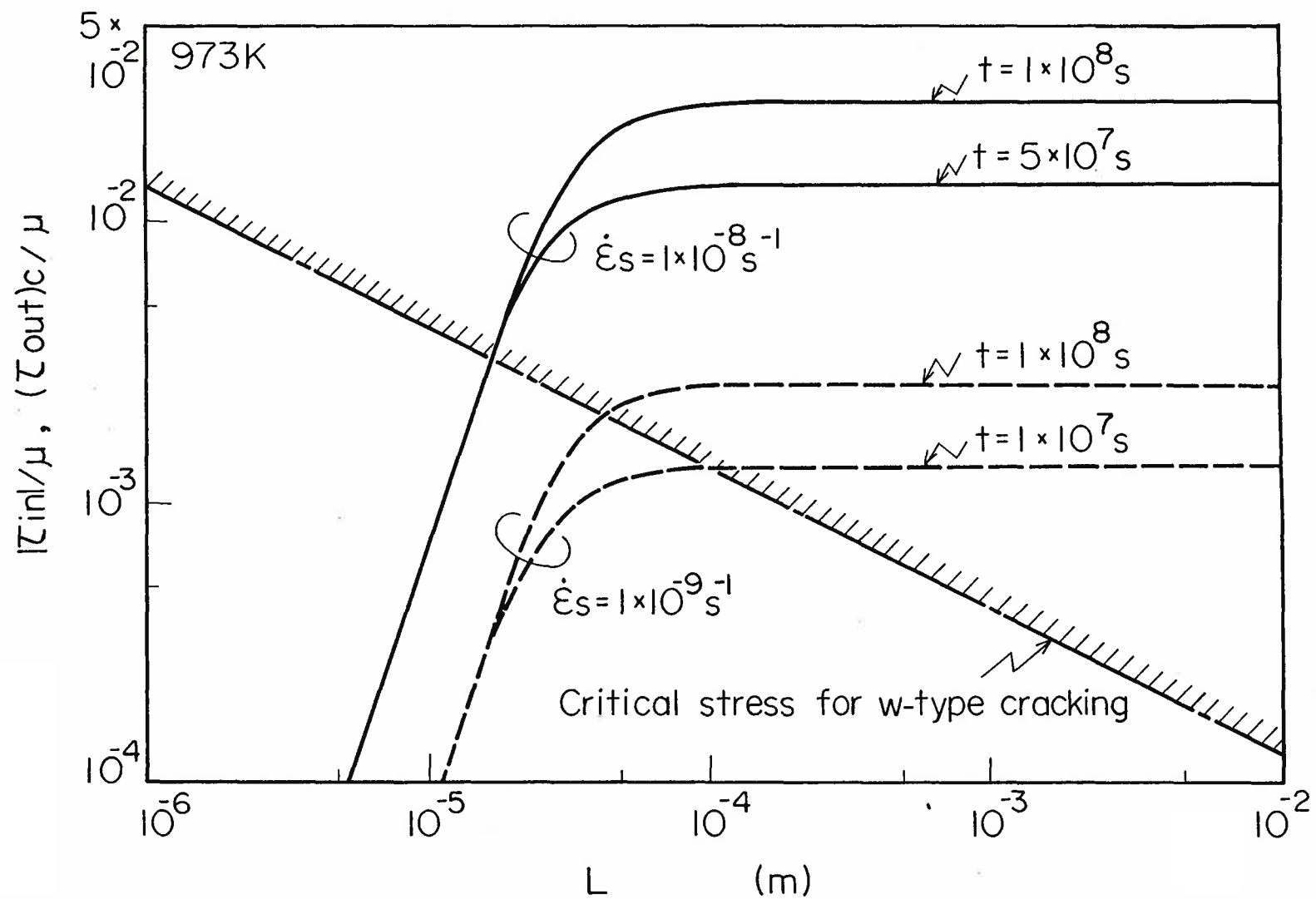


図8-2 結晶粒界における内部応力と粒界すべりが生じる長さ L の関係への粒界拡散による回復の影響

の関係を用いると、くさび型き裂が t_c の時間で形成されるための、臨界クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_c$ は次のように求まる。

$$\dot{\epsilon}_c = C \sqrt{\frac{3 \gamma (1 - \nu) L}{\pi \mu b^2}} \left[1 - \exp(-C t_c) \right] \quad (8-5)$$

ここで、 γ は単位面積あたりのみかけの表面エネルギーである。粒界三重点での破壊は $\dot{\epsilon} > \dot{\epsilon}_c$ のときに起こると考えられる。 $\dot{\epsilon}_c$ は粒界上の臨界クリープ速度である。そこで、実験によって観察される定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ に対する $\dot{\epsilon}_c$ の比 λ 、および方位係数 $K (= \sin 70.5^\circ \cdot \cos 70.5^\circ = 2\sqrt{2}/9)$ を用いて、くさび型き裂が発生するための臨界の定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_{sc}$ を求めると [16]、

$$\dot{\epsilon}_s > \dot{\epsilon}_{sc} = b \dot{\epsilon}_c / (3\sqrt{3} L \lambda K) \quad (8-6)$$

となる。これらの結果から、破断寿命 t_{cr} と定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ の関係は次のようになる。

$$t_{cr} = -\frac{1}{C} \ln \left[1 - \frac{C}{\lambda \dot{\epsilon}_s} \sqrt{\frac{9 \gamma (1 - \nu)}{8 \pi \mu L}} \right] \quad (8-7)$$

8-2-2 結晶粒分離型破壊

粒界き裂発生第二のモデルは結晶粒の分離型破壊に関するものである [18]。多結晶金属材料においては、結晶方位に依存して塑性変形しやすい領域と塑性変形しにくい領域があると考えられる [22, 23]。ここでは、それらの領域の変形能の差が原因となって、結晶粒界で分離破壊が生じる場合をモデル化する。すなわち、回復の効果が大きいために、粒界三重点でくさび型き裂が発生しない場合を考える。図8-3に示したように、塑性変形しやすい領域に囲まれた、塑性変形しにくい数個の結晶粒を含む半径 r の領域 D_0 を考え、外力 σ^A が作用すると仮定するとき、 D_0 と周囲のひずみ速度の差は、観察さ

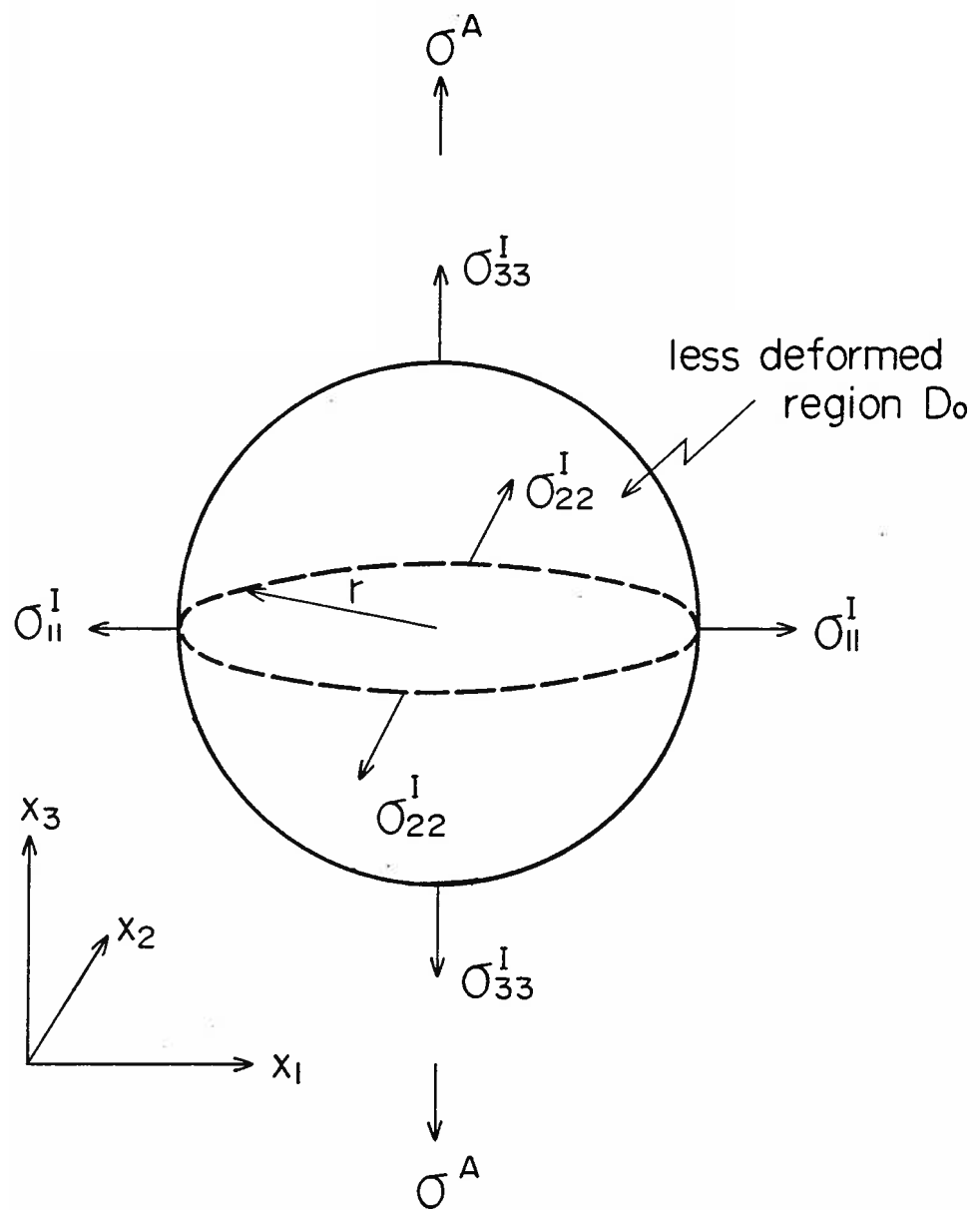


図8-3 結晶粒分離型破壊のモデル

れる定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ の程度であると仮定する。図8-4 にこの領域の周囲で生じる原子拡散の状況を示した。変形しにくい領域の近傍では周囲の領域の塑性変形による原子の過剰と不足が生じる。したがって、原子は過剰域から不足域に向かって拡散によって移動し、この変形しにくい領域での応力集中を緩和する [24]。ここでは、塑性緩和などの他の回復過程の影響を考えていない。

領域 D_0 中の x_3 方向の内部応力は次のようになる [18]。

$$(\sigma_{33}^I)_{\text{int}} = \frac{2(7-5\nu)}{15(1-\nu)} \mu \epsilon^* \quad (8-8)$$

ここで、 D_0 中とその周囲の μ と ν は等しいと仮定する。したがって、 x_3 方向の応力 σ_{33} は、

$$\sigma_{33} = (\sigma_{33}^I)_{\text{int}} + \sigma^A \quad (8-9)$$

原子拡散による回復の効果を考慮すると [16, 24]、(8-8) 式中の ϵ^* は次のようになる。

$$\epsilon^* = (\dot{\epsilon}_s / C) [1 - \exp(-Ct)] \quad (8-10)$$

したがって、(8-8)-(8-10)式より、

$$\sigma_{33} = \frac{2(7-5\nu)}{15(1-\nu)} \mu \frac{\dot{\epsilon}_s}{C} [1 - \exp(-Ct)] + \sigma^A \quad (8-11)$$

C の値は、回復が原子の粒界拡散支配のときは $C = 9(7-5\nu) \mu \Omega D_{gb} \delta / [10(1-\nu) \times r^3 k T]$ 、回復が原子の体積拡散に支配されるときには、 $C = 9(7-5\nu) \mu \Omega D_v / [20 \times (1-\nu) r^2 k T]$ となる [16]。 σ_{33} は変形しにくい領域 D_0 とその周囲の境界（結晶粒界）に働く全引張応力に等しい。

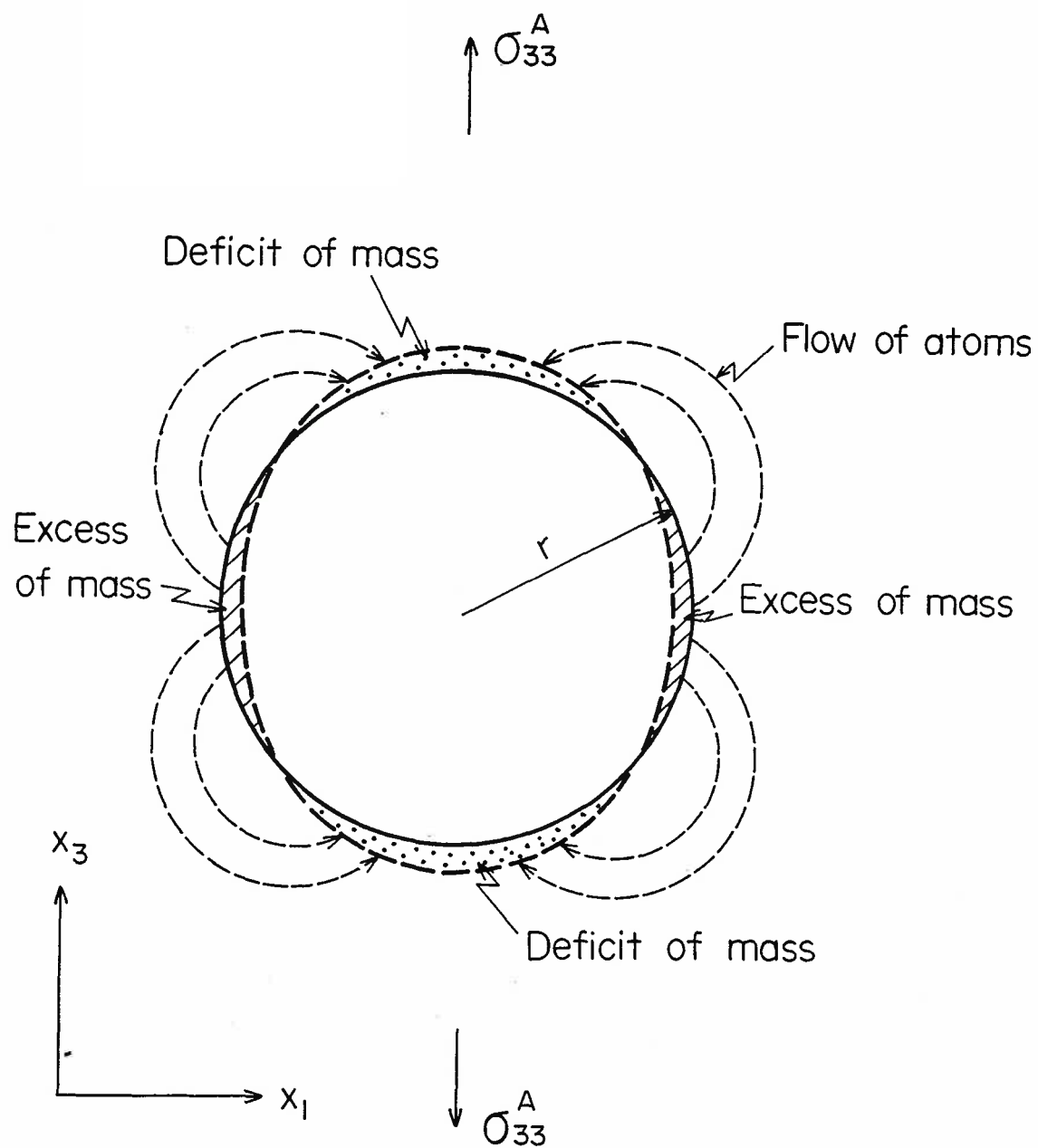


図8-4 変形しにくい領域のまわりの体積過剰と不足および原子の拡散方向

破壊発生の応力条件として、 $t = t_c$ で σ_{33} が結晶粒界の理想強度 ($E/20$) に達したときに粒界破壊が生じると仮定すると [18]、次式が得られる。

$$\dot{\epsilon}_{sc} = C \frac{15(1-\nu)}{2(7-5\nu)} \left[\frac{(1+\nu)}{10} - \frac{\sigma^A}{\mu} \right] / [1-\exp(-C t_c)] \quad (8-12)$$

上式は、破壊が生じるときの時間 t_c と、そのときの臨界クリープ速度 $\dot{\epsilon}_{sc}$ の関係を示している。また、破壊発生のエネルギー条件は、 $r \geq 10^8 \text{ m}$ の条件下では、応力条件よりも低い応力で満足されるため [25]、(8-12) 式はエネルギー条件も満たしている。

もし、 r の寸法が大きくて原子拡散による回復の効果が無視できるときには、(8-12) 式は次のような簡単な形になる。

$$\dot{\epsilon}_{sc} \cdot t_c \approx \dot{\epsilon}_{cr} = \frac{3(1-\nu)(1+\nu)}{4(7-5\nu)} - \frac{15(1-\nu)\sigma^A}{2(7-5\nu)\mu} \quad (8-13)$$

$\dot{\epsilon}_{cr}$ は負荷応力 σ^A の関数になっているが、 σ^A/μ の値は一般に非常に小さいので、上式の第2項は第1項に比べて無視できる。

図8-5 に (8-11) 式から計算した結晶粒界に働く全引張応力と、変形しにくい領域の半径 r の関係を示した。この計算では $\sigma^A = 0$ と仮定し、計算に用いた物理定数などは前述の数値 [16, 26, 27] を用いた。また、図中には、結晶粒分離型破壊の臨界応力の値も示した。破壊発生の臨界応力は r に依存しない。このため、 r の減少とともに破壊が起こりにくくなるのは、原子拡散による回復の効果のみによることがわかる。すなわち、定常クリープ速度が大きいほど、また、定常クリープ速度が同じ場合はクリープ期間が長いほど、小さな r の値でこの型の破壊が生じやすくなる。

図8-6 に (8-12) 式の $\dot{\epsilon}_{sc}$ と t_c の関係を示した。計算に用いた物理定数などは、前述の数値 [16, 26, 27] を用いた。たとえば、 r を結晶粒径の半分と考えると、このモデルでは、粒界三重点にくさび型き裂が生じるモデルに比べて、原子拡散による回復の効果は小さいことがわかる。しかし、 r が小さく温度が高い条件下では、回復の効果が顕著に現れるようになる。

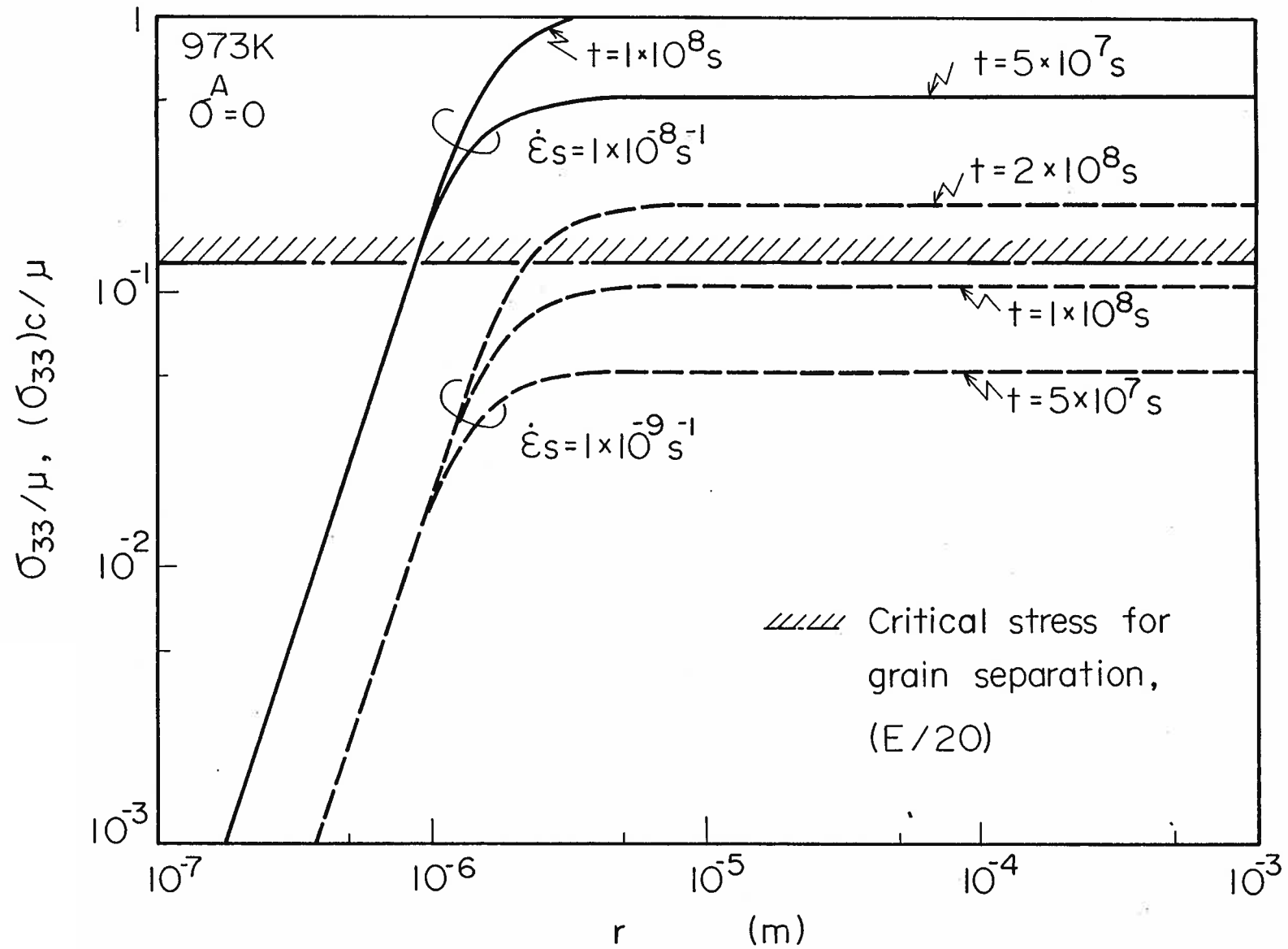


図8-5 結晶粒界に働く垂直応力 σ_{33} と変形しにくい領域の半径 r の関係への
粒界拡散による回復の影響

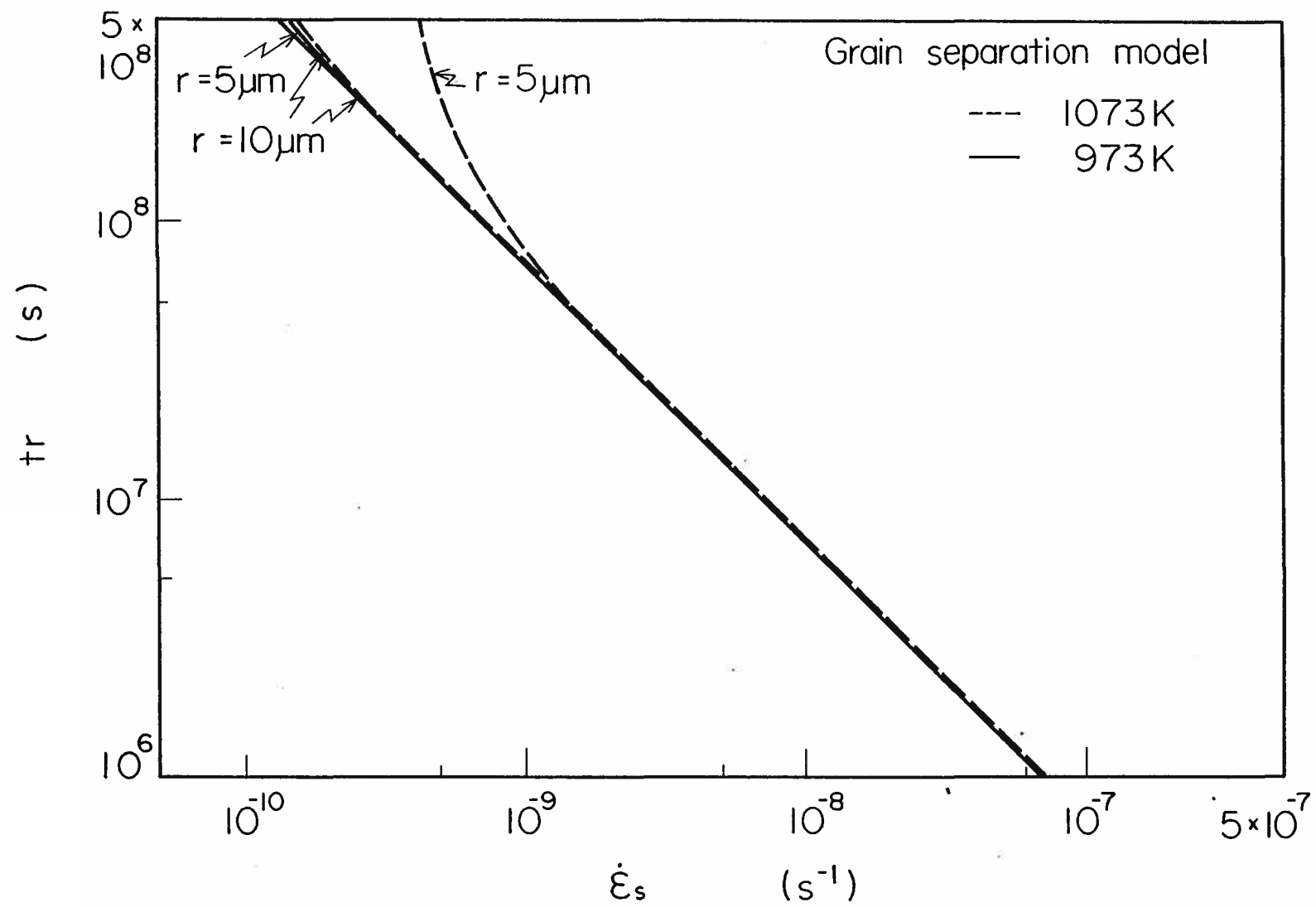


図8-6 定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ と破断寿命 t_r の関係 (結晶粒分離型破壊)

8-3 計算値と実験値の比較

8-3-1 結晶粒径の影響

図8-7 にくさび型き裂が発生するための臨界クリープ速度 $\dot{\epsilon}_{sc}$ の計算値と、定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ の実験値の結晶粒径依存性を示した。計算は粒界拡散支配の回復が生じる場合について、前述の物理定数などの値 [16, 26, 27] を用いて行った。図に示したように実験値と計算値はかなり良く一致する。結晶粒径 D が $8.4\mu\text{m}$ の試料の実験データは $\lambda=0.02$ と $\lambda=0.10$ の計算結果から多少ずれており、この試料にはくさび型き裂が発生していなかった。写真8-1 に D が $8.4\mu\text{m}$ 、 $24\mu\text{m}$ 、 $99\mu\text{m}$ および $310\mu\text{m}$ の試料の破面様相を示した。 D が $99\mu\text{m}$ および $310\mu\text{m}$ の試料の破面には、平坦な粒界面が現れており、破壊はおもに粒界三重点にくさび型き裂が発生することによって生じていた。これに対して、 $D = 8.4\mu\text{m}$ の試料の破面にはディンプルが多くみられる。このディンプル模様は結晶粒界に生じたものである。また、このディンプルは1結晶粒径程度の大きなものから、それよりもさらに小さなものまでが観察された。 D が $24\mu\text{m}$ の試料ではおもに平坦な粒界破面がみられるが、一部にディンプル模様も観察される。これらの結果から、21Cr-4Ni-9Mn鋼においては、くさび型き裂発生 of 結晶粒径依存性は本研究で用いた微視力学モデルによってよく説明できることがわかる。

図8-8 に、SUS304 鋼におけるくさび型き裂発生 of 臨界クリープ速度の計算値 $\dot{\epsilon}_{sc}$ と、定常クリープ速度の実験値 $\dot{\epsilon}_s$ の結晶粒径依存性を示した。実験値は $\lambda = 0.02$ に対する計算値よりも上に位置する。写真8-2 に D が $130\mu\text{m}$ の試料の結晶粒界近傍の光顕組織と破面様相を示した。結晶粒界には明瞭なくさび型き裂が発生している。また、破面も明瞭な粒界破面である。 D が $40\mu\text{m}$ の試料でディンプル模様が少し観察されたが、ほかの試料ではすべて普通の粒界破面であった。したがって、SUS304鋼では、第4章の結果からわかるように、塑性緩和のような原子拡散以外の回復過程が生じて粒界すべりを緩和していることが考えられる [28] が、その破壊様相はくさび型き裂の発生モデルによって一応説明できると思われる。

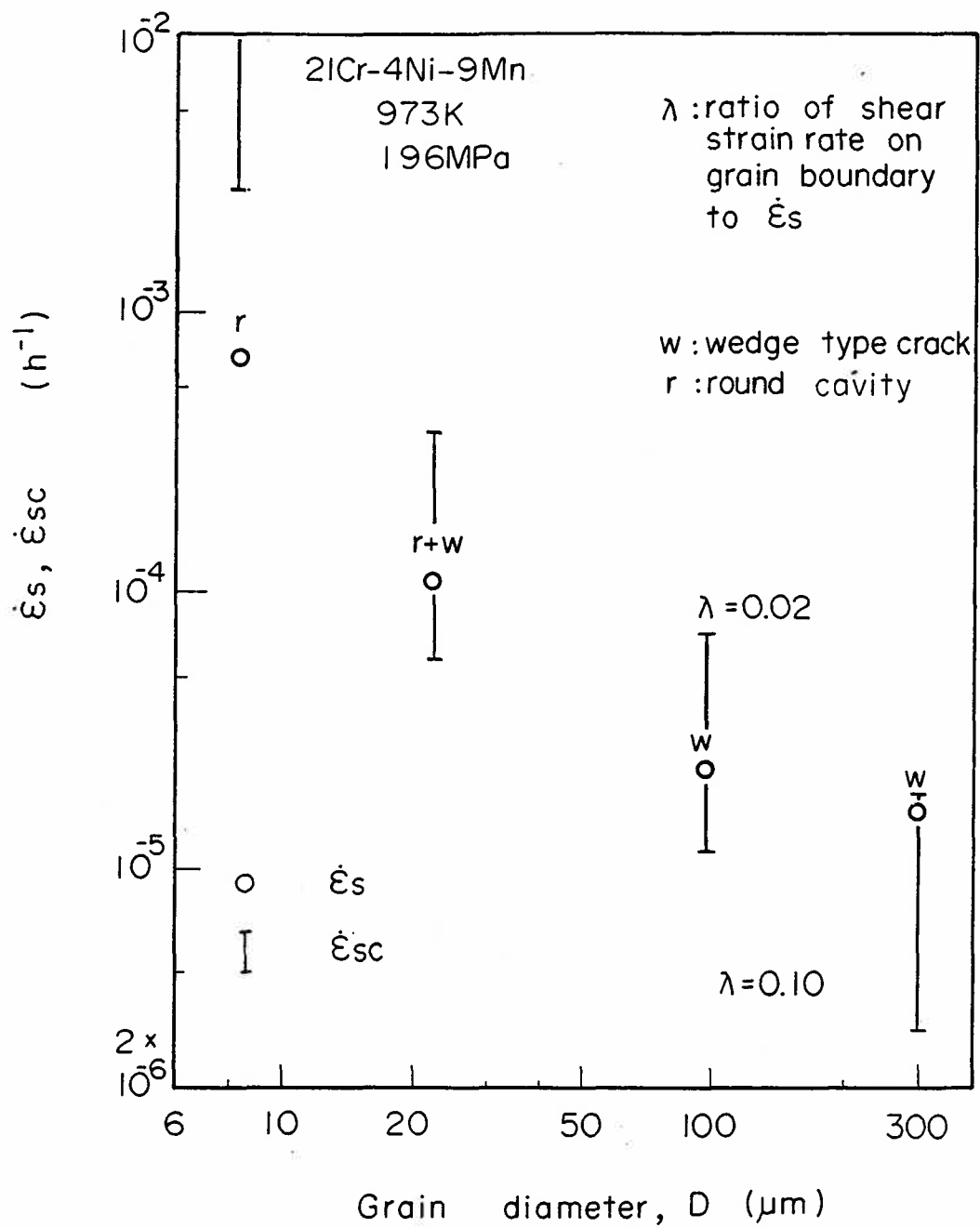


図8-7 21cr-4Ni-9Mn鋼におけるくさび型き裂発生の臨界クリープ速度 $\dot{\epsilon}_{sc}$ と定常クリープ速度の実験値 $\dot{\epsilon}_s$ の結晶粒径依存性

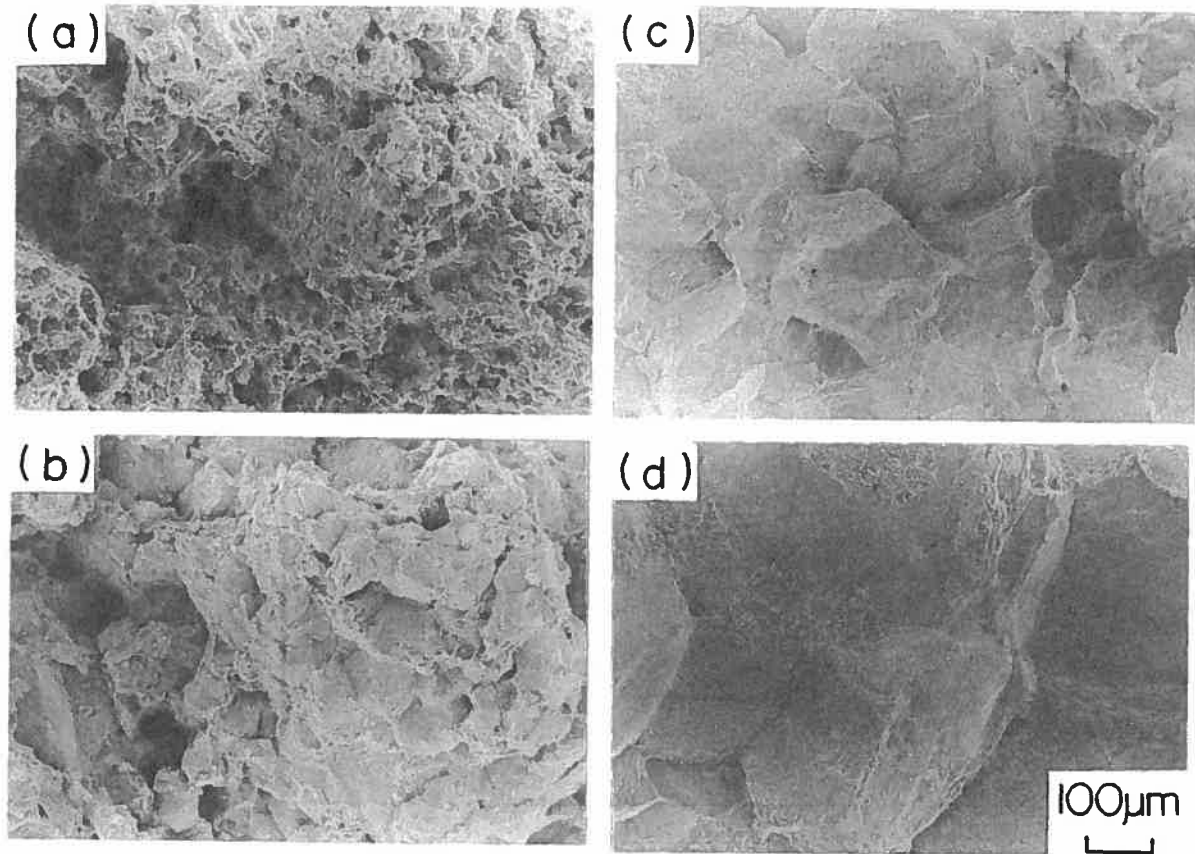


写真8-1 21Cr-4Ni-9Mn鋼におけるクリープ破面の様相におよぼす結晶粒径の影響(973K, 196MPa) (a) $D=8.4\ \mu\text{m}$ (b) $D=24\ \mu\text{m}$ (c) $D=99\ \mu\text{m}$ (d) $D=310\ \mu\text{m}$

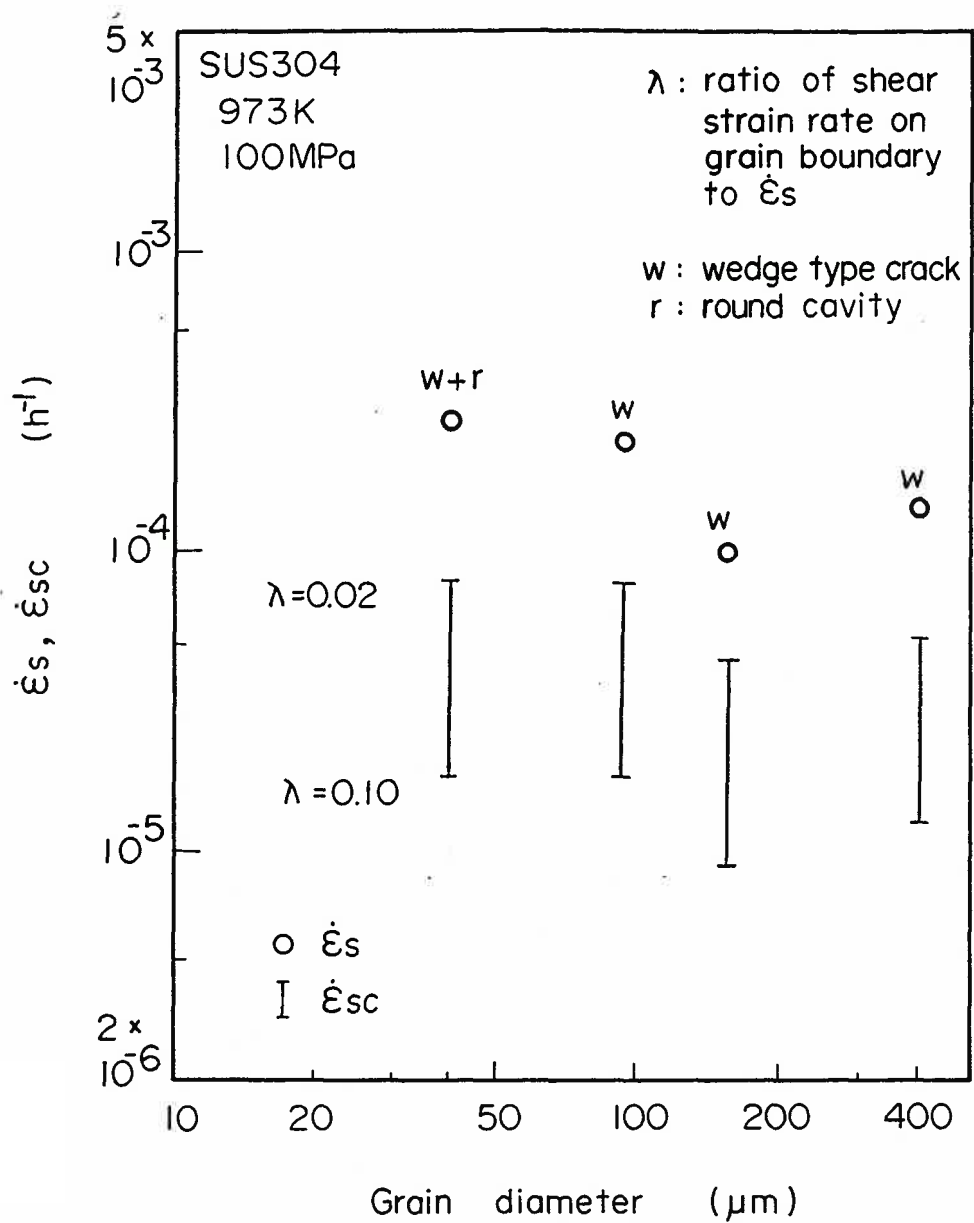


図8-8 SUS304鋼におけるくさび型き裂発生の臨界クリープ速度 $\dot{\epsilon}_{sc}$ と定常クリープ速度の実験値 $\dot{\epsilon}_s$ の結晶粒径依存性

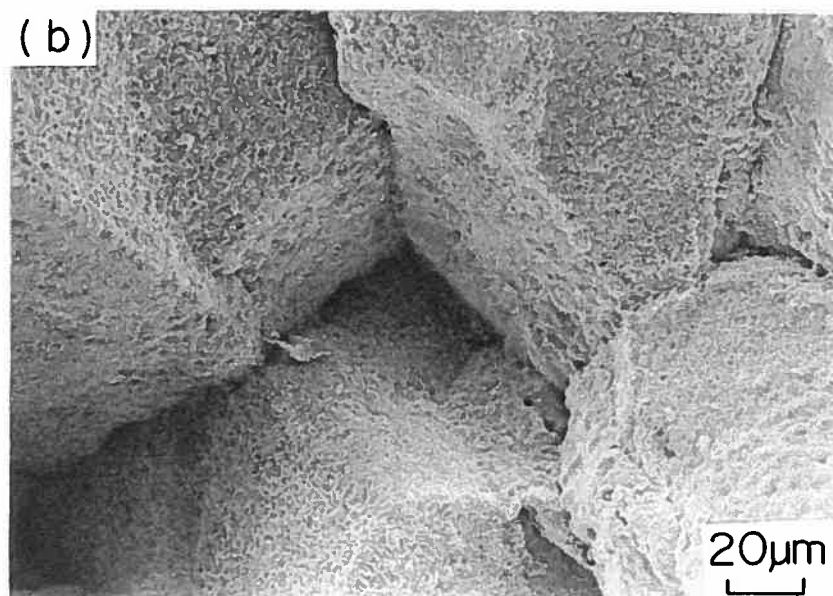
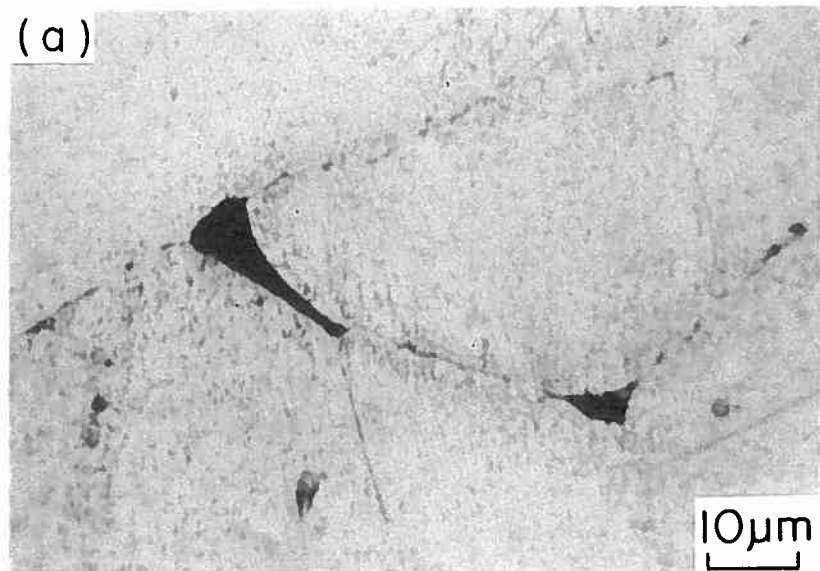


写真8-2 SUS304鋼のクリープ破断後の微細組織
(973K、 $\sigma = 110\text{MPa}$ 、 $D = 130\mu\text{m}$)

8-3-2 粒界形状ジグザグ化の影響

図8-9 に(8-5) 式における $\dot{\epsilon}_{sc}$ と、実験によって得られた定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ の応力依存性を示した。試料は、粒界反応を利用して粒界形状をジグザグ化した 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と直線状粒界を持つものである。L の平均値は、それぞれ、約 $1 \times 10^{-5} \text{ m}$ と約 $2.86 \times 10^{-5} \text{ m}$ であった。数値計算は、粒界拡散が回復を支配する場合について行った。計算に用いた物理定数などは前述した値 [16, 18, 24, 26, 27] を用いた。試験温度が 873K と 973K では、実験値はほぼ $\lambda = 0.02$ および $\lambda = 0.10$ とした計算値の間にあり、両者の応力依存性はほぼ同じである。試験温度が 1073K になると、実験値と計算値には多少差が生じる。

図8-10 に 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の応力-破断寿命特性、および粒界三重点き裂発生モデルと結晶粒分離モデルに基づく寿命予測結果を示した。試験温度が 873K では、くさび型き裂発生モデルによって予測された寿命値は実験値とよく一致する。しかし、973K の低応力条件下では実験値と計算値に多少の差が生じる。試験温度が 1073K になると実験値と計算値にはさらに大きな差が生じる。また、1073K では、計算ではかなり活発な原子拡散が生じることが予測されており、くさび型き裂発生モデルの適用が不可能な条件もあった(図中に点線で示した)。このような場合、粒界三重点でのくさび型き裂発生による破壊以外の破壊が生じると考えられる。図 8-10 の結晶粒分離モデルによる寿命予測の結果は実験結果よりも多少長寿命になる傾向はあったが、両者の破断寿命の応力依存性はよく一致した。

第3章の写真 3-6に 973K でクリープ破断した 21Cr-4Ni-9Mn 鋼の微細組織を示したが、結晶粒界をジグザグ化させた試料においても、粒界破壊は粒界三重点近傍で生じていた。結晶粒界上のジグザグ部においても応力集中は生じると考えられるが、大きなき裂は発生していなかった。また、き裂は粒界反応ノジュールの界面からも生じていた。写真8-3 に粒界反応ノジュール界面から生じた破壊の一例を示した。高温条件下では、原子拡散による回復の効果が大きくなってくさび型き裂が発生しにくくなり、結晶粒分離モデルで説明されるような破壊が、粒界反応ノジュール界面で生じるようになると考えられる。

粒界反応を利用して粒界形状をジグザグ化すると、結晶粒界には $10 \mu\text{m}$ 程度の凹凸が多く生じる。したがって、973K 以上では試験条件によっては原子拡散による応力緩和

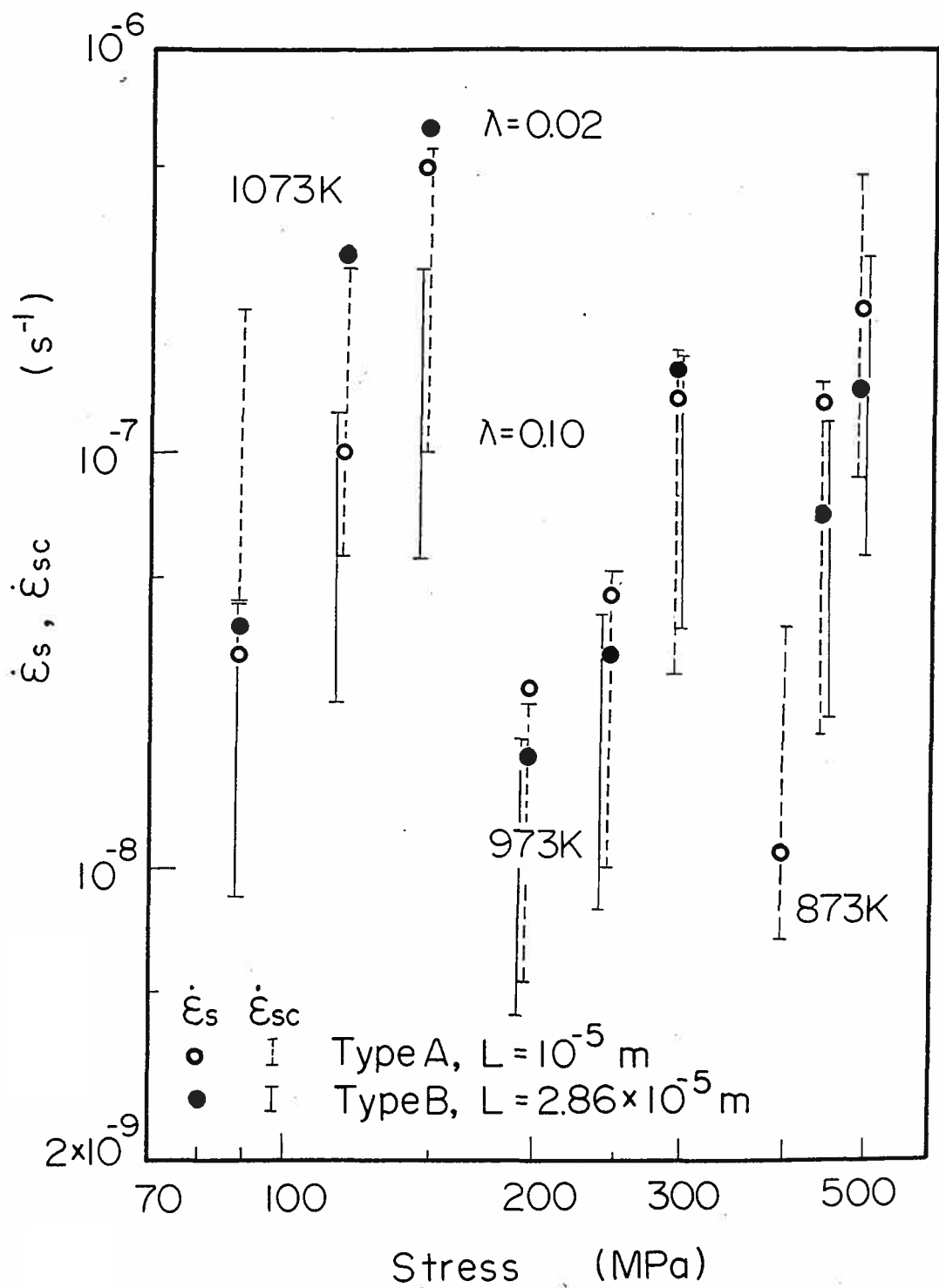


図8-9 21Cr-4Ni-9Mn鋼の定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ と微視力学モデルに基づくくさび型き裂発生の臨界クリープ速度 $\dot{\epsilon}_{sc}$ の応力依存性

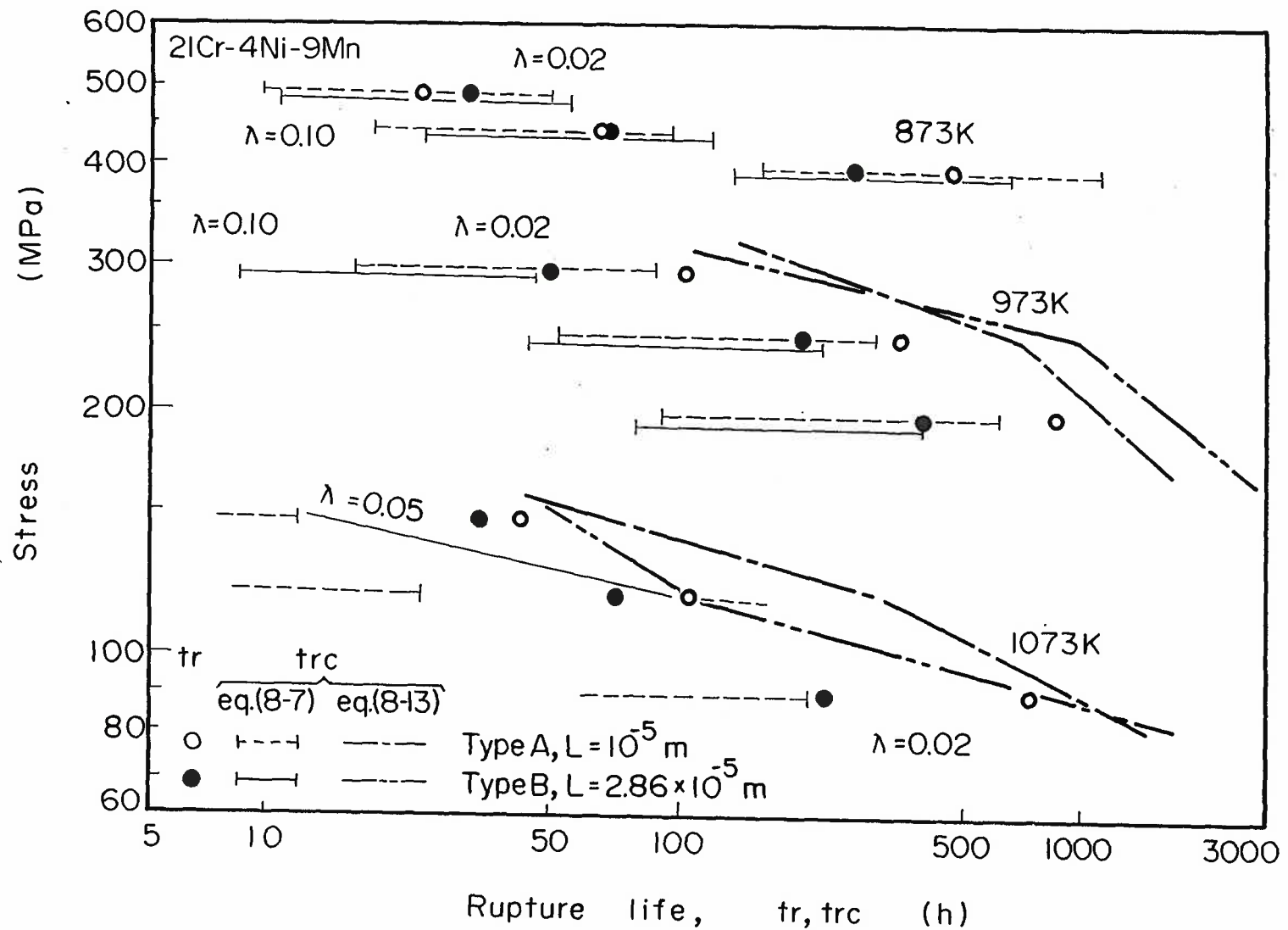


図8-10 21Cr-4Ni-9Mn鋼のクリープ破断寿命の実験結果と微視力学モデルに基づく寿命予測結果の比較

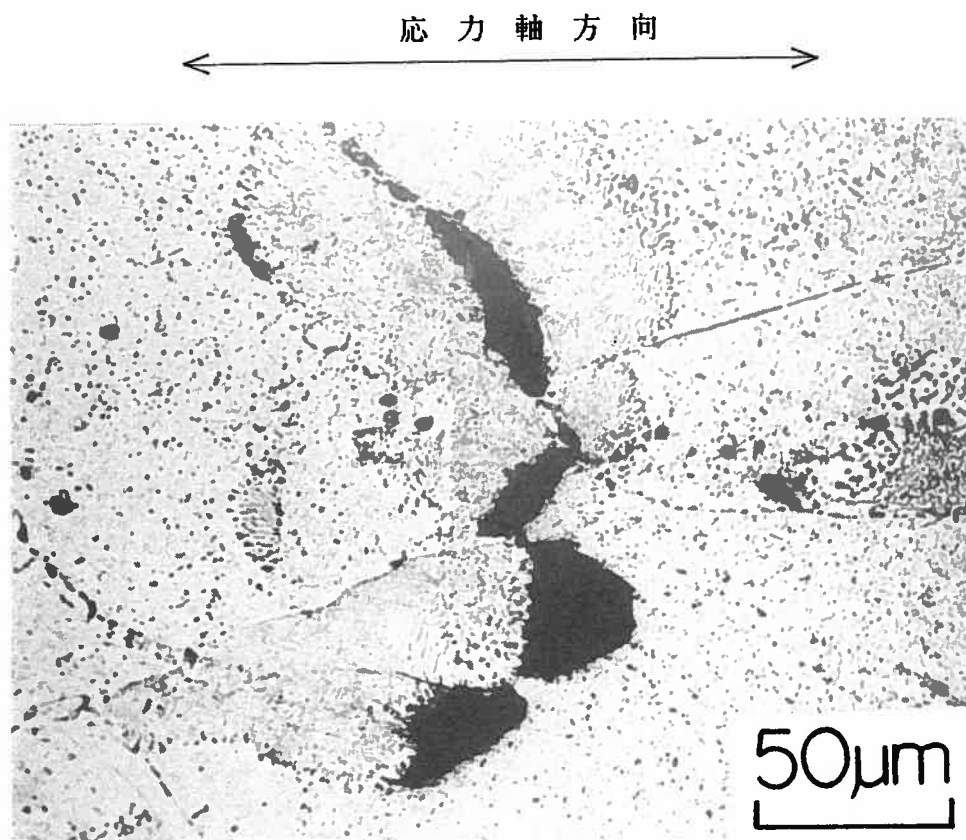


写真8-3 21Cr-4Ni-9Mn 鋼における粒界反応ノジュール界面からの破壊の一例
(973K, 196MPa)

が、結晶粒界で生じると考えることができる。これまで、粒界形状ジグザグ化による高温強度の改善機構としては、粒界すべりの生じる粒界長さの減少による応力集中の低下、ジグザグ粒界による粒界すべりの抑制効果 [7, 8, 10, 13] 、および粒界反応ノジュール界面からの破壊発生に伴う破断延性の増加 [7, 10, 13] が考えられていた。本研究の微視力学モデルに基づく考察の結果、これらに加えて、高温では活発な原子拡散による回復の影響によって結晶粒界での応力集中が緩和され、粒界三重点でのき裂発生が起こりにくくなることが、高温強度改善の要因であることがわかった。

8-5 小括

くさび型き裂発生および結晶粒分離による破壊発生の微視力学モデルを用いて、材料学的諸因子の高温強度ならびに破壊への影響を理論的に考察した。そして、その結果を 21Cr-4Ni-9Mn 鋼と SUS304 鋼におけるクリープ破断試験の結果と比較検討した。得られた結果の要約を以下に示す。

(1) 粒界形状ジグザグ化による高温強度の改善は、粒界すべりが起こる粒界長さの減少による応力集中の低下、ジグザグ粒界による粒界すべりの抑制効果、および粒界反応ノジュール界面で延性に富んだ破壊が起こることに加えて、高温での活発な原子拡散による応力集中緩和の効果が原因であることがわかった。

(2) ジグザグ状粒界をもつ 21Cr-4Ni-9Mn 鋼では、873K と 973K におけるクリープ破断特性は、くさび型き裂発生モデルによって良く説明された。しかし、試験温度が 1073K になると、ジグザグ状粒界の鋼は長時間クリープにおいては原子拡散による回復の影響によって、このモデルによる破断寿命の予測ができなくなる。これは、高温長時間クリープでは粒界三重点での破壊が起こらなくなるためである。このような場合には、結晶粒分離モデルによる予測値が寿命の上限を与えると考えられる。

(3) 21Cr-4Ni-9Mn 鋼では結晶粒径を約 8.4-24 μm まで微細にすると、粒界すべりが起こる粒界長さが減少して応力集中が低下するとともに、原子拡散による応力緩和によって粒界三重点で破壊しにくくなる。また、SUS304 鋼では、結晶粒径が約 40-400 μm

の範囲においてはほくさび型き裂のみが発生する。本研究の微視力学モデルによる予測結果はこれらの実験結果とよく一致した。

参考文献

- (1) F.Garofalo: 金属クリープの基礎 (足立訳), (1968), P.198 [丸善]
- (2) 平修二, 大谷隆一: 材料の高温強度論, (1980), p.189 [オーム社]
- (3) 日本鉄鋼協会高温強度研究委員会: ひずみ範囲分割法による 18Cr-8Ni 鋼の高温低サイクル疲労特性の検討, (1981), p.209 [日本鉄鋼協会]
- (4) H.Fujita, H.Iizuka and M.Tanaka: Proc. 24'th Jpn. Con. on Mater. Res., (1981), p.62
- (5) 平修二, 城野宗昭, 吉田稔: 材料, 27(1978), p.447
- (6) K.Yamaguchi and K.Kanazawa: Met. Trans. A, 11A(1980), p.1691
- (7) 田中学, 宮川大海, 坂木庸晃, 藤代大: 鉄と鋼, 65(1979), p.939
- (8) 山本優, 堀内康, 宮川大海, 藤代大: 鉄と鋼, 69(1983), p.97
- (9) 松尾孝, 大村圭一, 田中良平: 鉄と鋼, 71(1985), p.1009
- (10) 飯塚博, 田中学, 宮川大海, 藤代大: 日本機械学会論文集(A編), 51(1985), p.2569
- (11) 飯塚博, 多田勝美, 田中学, 葦原文夫, 恵良修治: 日本金属学会第93回大会講演概要集, (1983-10), p.429
- (12) 田中学, 藤田春彦, 藤代大: 鉄と鋼, 69(1983), p.1320
- (13) H.Iizuka, M.Tanaka, O.Miyagawa and D.Fujishiro: 4'th Jpn. Inst. of Metals International Sympo. (JIMIS-4), (1985-10), p.47
- (14) 田中学: 日本機械学会論文集(A編), 49(1983), p.1491
- (15) T.Sakaki: Scripta Met., 8(1974), p.189
- (16) 田中学, 飯塚博: 日本機械学会論文集(A編), 56(1986), p.7

- (17) M.Tanaka and H.Iizuka: Proc. 7'th Inter. Conf. on the Strength of Metals and Alloys (ICSMA-7), 1(1985), p.629
- (18) M.Tanaka and H.Iizuka: Inter. Conf. on Creep, (1986-4), p.187
- (19) 村外志夫, 森勉: マイクロメカニックス, (1981), p.105 [培風館]
- (20) 森勉: 日本金属学会報, 17(1978), p.920
- (21) D.McLean: J. Inst. Met., 85(1956-57), p.468
- (22) B.H.Kear and B.J.Pearcey: Trans. Metal. Soc. AIME, 239(1967), p.1209
- (23) 杉本公一, 坂木庸晃, 堀江隆, 蔵本広志, 宮川大海: 学振 123委研究報告, 25 (1984), p.59
- (24) M.Tanaka and H.Iizuka: J. Mater. Sci., 19(1984), p.3976
- (25) K.Tanaka, T.Mori and T.Nakamura: Phill. Mag., 21(1970), p.267
- (26) W.Beere and M.V.Speight: Met. Sci., 12(1978), p.593
- (27) 松村篤良: 日本機械学会誌, 68(1965), p.1623
- (28) G.E.Dieter: Mechanical Metallurgy (second edition), (1976), p.461
[McGraw-Hill]

第9章 総括

実用合金であるオーステナイト系の SUS304 ステンレス鋼、21Cr-4Ni-9Mn排気弁用鋼、およびコバルト基超合金 HS-21 を用いて、クリープおよびクリープ・疲労重畳条件下の高温強度への、結晶粒径や粒界形状を含む材料学的諸因子の影響を調べた。そして、微細組織制御による高温強度改善の可能性について実験的に検討した。さらに、原子拡散の生じる高温条件下での粒界き裂の発生を、微視力学モデルに基づいて解析し、微細組織制御による高温強度改善の機構について理論的に検討した。得られた結果を要約して以下に示す。

本研究における実験条件下では、多量の析出物を含む 21Cr-4Ni-9Mn 鋼、および析出物をほとんど含まない SUS304 鋼において、クリープ破壊は粒界三重点にくさび型き裂が発生して起こることが多かった。そこで、粒界三重点におけるくさび型き裂の発生について、微視力学モデルに基づき、原子拡散による回復の効果を考慮して解析を行った。その結果、結晶粒の微細化は、すべる粒界の長さが減少することによる幾何学的効果と原子拡散の活発化による回復の効果の促進によって、粒界三重点での応力集中を低下させ、くさび型き裂を生じにくくすることがわかった。また、結晶粒径が小さくなるとくさび型き裂以外の粒界き裂が生じた。これは、結晶方位に依存した各結晶粒間の変形能の差によって内部応力が生じ、これによって粒界破壊が起こると仮定した、結晶粒分離型破壊に関する微視力学モデルによって説明できる。

高温疲労寿命への結晶粒径の影響を、ひずみ範囲分割法に基づいて検討した結果、疲労寿命は結晶粒の微細化に伴う破断延性の増加によって、かなり改善されることがわかった。本研究においては、繰返し変形中の引張行程にクリープひずみが生じる形の疲労では、くさび型き裂が発生して破断に至ることが多かった。したがって、強度改善の原因としては、クリープ破壊の場合と同様の機構によって、くさび型き裂が発生しにくくなることが考えられる。また、引張行程が塑性変形によって行われる波形の疲労においては、破壊は結晶粒内で生じたため、疲労寿命への結晶粒径の影響は、変形挙動の結晶粒径依存

性によってわずかに生じただけであった。

クリープ破壊挙動への粒界形状ジグザグ化の影響についても、微視力学モデルに基づく粒界き裂発生モデルによって実験結果をよく説明できた。すなわち、結晶粒界のジグザグ化による高温強度改善の要因としては、これまで、すべりを生じた粒界長さの減少に伴う応力集中の低下、ジグザグ粒界による粒界すべりの抑制、および粒界反応ノジュール界面での延性的な破壊の発生が考えられてきたが、それらに加えて、高温での原子拡散による応力緩和も大きな影響を与えると考えられる。また、高温低応力の条件下では、原子拡散による回復が著しいジグザグ状粒界をもつ材料では、粒界三重点での破壊は起こらず、前述の結晶粒分離型破壊が生じると予想される。

21Cr-4Ni-9Mn 鋼を用いた高温疲労への粒界形状ジグザグ化の影響についても、上述の機構による粒界き裂発生抑制によって、疲労寿命が改善されたと考えられる。また、この鋼においては、塑性変形が繰返される高速—高速波形においても、粒界破壊が生じたため、この形の疲労においても粒界形状ジグザグ化によって疲労寿命が大きく改善される。さらに、粒界反応を多量に生じさせると、大きく成長した粒界反応ノジュールが内部破壊を起こすことがあるため、8% 程度の粒界反応量の試料で疲労寿命が最も長くなることがわかった。

このように、微視力学モデルに基づく解析結果は、クリープおよびクリープ・疲労重畳条件下で粒界破壊が発生する実験結果をかなりよく説明できることがわかった。この微視力学モデルに基づく解析は、原子拡散による回復の効果を、物理的意味があいまいなパラメータを含めずに考慮できる特長があり、これまでに、第二相粒子を含む金属材料の加工硬化挙動、第二相粒子と母相の剝離、第二相粒子の破壊の問題などに広く適用されている。この手法は、金属材料やセラミックスの変形挙動や破壊挙動に関する定量的な検討などに、今後ますます応用されるであろう。

クリープ変形挙動への結晶粒径の影響については、金属や合金の種類によってクリープ特性の結晶粒径依存性は異なるため、その原因の解釈も一様でない。析出物を多量に含む 21Cr-4Ni-9Mn 鋼では、結晶粒界での転位の発生が定常クリープ速度に支配的な影響を与えると考えたモデルの結晶粒径依存性に近かった。また、SUS304 鋼では結晶粒内の転位

組織が結晶粒界近傍で回復の影響を大きく受け、内部応力を低下させることが結晶粒径依存性の生じる原因であった。

クリープ・疲労の重畳条件下における SUS304 鋼の変形挙動への結晶粒径の影響は、低速—低速および高速—低速の非対称波形の高速変形行程に多少現れた。この現象については、結晶粒内の転位組織は変形履歴の影響を大きく受けることが考えられるため、クリープ・疲労の相互作用を含めて今後さらに検討する必要があるだろう。また、現在、この分野ではクリープ・塑性の重畳条件下の構成方程式を作成することなどについて、さかんに議論されているが、変形挙動と微細組織の間には密接な関係があるため、変形組織などの材料学的な考察も含めた議論が必要であろう。

クリープおよびクリープ・疲労の重畳条件下における材料の変形挙動への粒界反応の影響は、粒界反応ノジュール部の降伏応力などが母相よりも低いことによって生じる現象として説明することができた。結晶粒界ジグザグ化の変形挙動への影響は、全変形に占める粒界すべりの割合が小さいことから、あまり大きくないと考えられる。

粒界形状ジグザグ化による高温強度の改善については、これまでの実験結果や微視力学モデルに基づく解析によって、き裂発生寿命についてはほぼ統一的な解釈が得られた。今後は、高温疲労破壊などでとくに重要な、き裂伝ば過程における特性改善に、粒界形状ジグザグ化がどの程度有効に働くかなど明らかにする必要があるだろう。また、このような微細組織制御による高温強度改善については、高性能結晶制御合金の研究開発の対象分野の一つとしても取り上げられており、実用合金の強度改善手法の一つとして今後さらに注目されると思われる。

謝辞

本研究を遂行するにあたって、終始温かい御指導と御鞭たつを頂き、また、論文執筆に際して細部まで御校閲下さいました、東京都立大学教授坂本庸晃先生に心から御礼申し上げます。また、御多忙中にもかかわらず、本論文の査読とともに有益な御討論を頂きました、東京都立大学教授児玉昭太郎先生、ならびに東京都立大学助教授吉葉正行先生に深く感謝致します。さらに、高温材料の粒界強化に関して多くの御助言を頂きました東京都立大学名誉教授宮川大海先生に厚く御礼申し上げます。

本研究の解析と実験はおもに秋田大学において、昭和54年から10年間にわたって行われたものであり、この間、終始適切な御指摘と御指導、ならびに多大の御援助を頂きました秋田大学助教授田中學先生に心から御礼申し上げます。また、透過型電子顕微鏡の使用などで御世話になりました秋田大学菅原茂夫先生、熱処理用の電気炉や金属研摩装置を提供して頂きました秋田大学松村博昭先生、実験の補助や試験片の加工などで御世話になりました秋田大学葦原文夫氏ならびに藤田忠氏、本研究を遂行するにあたり温かい励ましの御言葉を頂きました秋田大学相馬俊信先生、菅原征洋先生、ならびに榊田勝美先生、そして、著者とともに、卒業研究の一環として実験の一部を実際に担当された、工藤政史、田中雄三、加茂谷嘉泰、嵯峨裕規、太田誠、堤純一、野左近武、小川洋、武智和範、恵良修治、工藤紀彦、小林信彦、森川庄一郎、赤坂隆明、三浦明彦、山田克浩、松下哲幸、永田司、山内真二の各工学士、および多田勝美工学修士に深く感謝致します。

最後に、本研究で用いた供試材の購入にあたり大変御世話になりました、日鍛バルブ(株)の藤代大氏、ならびに三菱金属(株)の後藤博康氏に深謝致します。